PRZEMYSŁ CHEMICZNY

ORGAN CHEMICZNEGO INSTYTUTU BADAWCZEGO I POLSKIEGO TOWARZYSTWA CHEMICZNEGO
WYDAWANY Z ZASIŁKIEM WYDZIAŁU NAUKI MINISTERSTWA WYZNAŃ RELIGIJNYCH I OŚWIECENIA PUBLICZNEGO

ROCZNIK XXI PAŹDZIERNIK 1937 10

REDAKTOR: PROF. DR KAZIMIERZ KLING SEKRETARZ: DR LECH SUCHOWIAK

Zastosowanie kleju kostnego do przemysłu gumowego

La colle forte dans l'industrie du caoutchouc

MARJA SĄGAJŁŁO i IRENA KOTSCHEDOFF

Zakład Technologii Organicznej II. Politechniki Warszawskiej.

Nadeszło 26 maja 1937

Wszystkie państwa, dążąc do samowystarczalności gospodarczej, starają się w granicach możliwości zastępować surowce importowane, surowcami krajowymi, lub przynajmniej zmniejszyć ten import przez zwiększenie surowców i półfabrykatów krajowych.

Przemysł gumowy w krajach, które nie posiadają własnych plantacji, jest zmuszony posługiwać się kauczukiem importowanym. To też widzimy, że takie państwa, jak Niemcy, Rosja, a częściowo Stany Zjednoczone Ameryki Północnej robią kolosalne wysiłki bądź to w otrzymywaniu na skalę techniczną kauczuku syntetycznego, bądź to w wytwarzaniu takich materiałów, które nie są właściwie syntetycznym kauczukiem, lecz mogą przynajmniej częściowo kauczuk zastąpić.

W tych krajach przemysł gumowy, poza kauczukiem syntetycznym, korzysta do swej produkcji z szeregu żywic i wosków syntetycznych, które pozwalają na mniejsze zużywanie kauczuku, a w niektórych wypadkach kompletnie go zastępują (n.p. w Niemczech w przemyśle kabli i przewodników kauczuk w 80% został zastąpiony przez żywice wielostyrolowe).

W Polsce nie mamy jeszcze przemysłu mas plastycznych syntetycznych, produkcja kauczuku syntetycznego na skalę techniczną stawia dopiero pierwsze kroki; to samo da się powiedzieć o produkcji regeneratu.

Mamy jednak w kraju surowiec dotychczas używany w przemyśle gumowym w stopniu bardzo nieznacznym, który może znaleźć dużo szersze zastosowanie. Surowcem tym jest klej kostny, który może być zastosowany jako napełniacz do gumy i to napełniacz aktywny. Nie znaczy to, że kauczuk może być przez niego zastąpiony, ale w każdym razie zmniejszyć można procentową zawartość kauczuku w gumie, przez dodawanie kleju do mieszanek.

Dlatego też opracowanie zagadnienia zastosowania kleju kostnego do gumy jest ważne i konieczne ze względu na korzyści, jakie może osiągnąć z jednej strony przemysł gumowy, przez otrzymanie nowego aktywnego napełniacza, a z drugiej przemysł kleju kostnego, przez zwiększoną produkcję kleju i wprowadzenie nowego surowca na rynek.

W czasopismach fachowych obcych spotyka się od czasu do czasu wzmianki, a nawet artykuły o zastosowaniu kleju kostnego, jako napełniacza, a przede wszystkim zmiękczacza, do mieszanek gumowych o specjalnych przeznaczeniach. Jednak zagadnienie to jest zbyt powierzchownie ujmowane, twierdzenia nie poparte konkretnymi danymi liczbowymi; poza tym nie jest oświetlane wszechstronnie. Artykuły takie są traktowane raczej reklamowo.

Wobec tego prace te pozostawiają dużo domysłom chemików i nie mogą być podstawą, na której może się oprzeć technolog, chcąc w przemyśle gumowym stosować klej kostny bez większego ryzyka. Przed kilku miesiącami podjęto więc pracę programową, ujętą w systematyczne badania, nad zastosowaniem kleju do przemysłu gumowego.

Należało znaleźć odpowiedź na następujące pytania:

1) W jakiej postaci najlepiej dodawać klej kostny do mieszanek gumowych: w stanie suchym, czy wilgotnym: a) jeżeli w suchym, to jaka powinna być grubość przemiału; b) jeśli w wilgotnym, to jaka winna być zawartość wody, kwasowość i grubość przemiału?

2) Czy można wodę zastąpić gliceryną?

3) W jaki sposób należy dodawać klej do mieszanek?

4) W jakim maksymalnym stosunku do kauczuku klej może być dodawany?

5) Jaki wpływ mają normalnie używane składniki mieszanek na gumę z klejem, a więc: a) przyśpieszacze, b) zmiękczacze, c) różne napełniacze i d) antyutleniacze?

6) Najlepsze zastosowanie mieszanek z klejem do określonych wyrobów technicznych.

W a r u n k i p r a c y.

Przy opracowaniu punktów 1, 2, 3, 4 do badań używano mieszanki zasadniczej, słabo obciążonej (celem uniknięcia chociaż częściowego wpływu napełniaczy na klej kostny), o składzie następującym:

Smoked sheets	100	części
stearyny	2	,,
tlenku cynku	5	,,
siarki	2,5	,,
Vulcacit DM	1	,,

Mieszanki robiono na walcach laboratoryjnych zwykłego typu o temperaturze 60—66°. Czas walcowania mieszanek 23 minuty. Wulkanizowano w prasach dociskanych ręcznie w 143° (p=3 *atm*). Przyśpieszone starzenie przeprowadzano w bombie tlenowej Emersona w ciągu 96 *godz* pod ciśnieniem tlenu=21,5 *atm*, co odpowiada mniejwięcej 4 do 5 lat normalnego starzenia się gumy. Próbki do zrywania wycinano sztancą wzorcową 105×6 *mm*. Każdy wy-

T A B L I

Wpływ ilości wody w kleju na własności

Badania z klejem

A — Wydłużenie w procentach
B — Wytrzymałość w *kg/cm²*.
$\frac{A.B}{1000}$ — Iloczyn natężenia.
C — Zmiana Iloczynu natężenia.

Próbki w stanie świeżym													
		Ilości wody, dodawane do kleju											
%-owa zawartość kleju	Czas wulkanizacji	15 cz.			17,5 cz.			22 cz.			25,5 cz.		
		A	B	A.B/1000	A	B	A.B/1000	A	B	A.B/1000	A	B	A.B/1000
5	20′	708	187	132	706	197	139	700	183	128	696	186	129
	30′	705	192	135	700	202	141	700	185	130	670	187	125
	40′	700	194	136	691	188	130	683	193	132	670	192	129
10	20′	683	217	148	670	186	125	676	202	137	663	203	135
	30′	650	200	130	678	197	134	656	190	125	643	208	134
	40′	671	212	142	687	195	134	670	202	135	636	187	119
15	20′	654	224	136	678	208	141	670	222	149	633	221	140
	30′	646	220	142	670	207	139	640	222	142	638	214	137
	40′	644	213	127	662	197	130	623	209	130	633	215	136
20	20′	626	217	136	641	207	133	637	226	144	608	236	143
	30′	621	218	135	653	217	142	639	219	140	608	210	128
	40′	620	207	128	630	207	130	619	198	123	600	218	131
25	20′	619	253	157	633	228	144	629	228	143	600	226	136
	30′	612	234	143	622	221	137	596	205	122	589	220	130
	40′	604	229	138	616	198	122	593	193	114	579	207	120
30	10′	654	254	166	629	228	143						
	12′	616	234	144	606	227	138						
	15′	606	230	139	591	223	132						
	20′	600	233	140	550	224	123	576	212	122	572	215	123
	30′	600	222	133	544	218	119	558	193	108	573	208	119
	40′	590	211	124	533	201	107	570	204	116	562	195	110
35	6′	604	204	123	620	192	119						
	8′	637	234	149	608	210	127						
	10′	621	247	153	600	223	134						
	12′	578	233	135	588	215	126						
	15	560	216	121	574	212	122						
	20′	566	231	131	546	211	115	570	226	129	537	214	115
	30′	566	218	123	538	203	109	533	197	105	558	209	117
	40,	576	217	125	533	199	106	533	202	108	546	197	108
25	15′	643	243	156									
30	8′	641	234	150									

nik podawany w tablicach jest średnią z 5 do 6 pomiarów. Zrywano na dynamometrze Schoppera.

Chcąc otrzymać odpowiedź na pytanie pierwsze początkowo starano się otrzymać mieszanki z klejem kostnym suchym. Operowano różnej grubości przemiałami i nawet z klejem o ziarnie najdrobniejszym, spotykanym w handlu, o przemiale Nr. 80, nie otrzymano pozytywnych rezultatów. Jakkolwiek wprowadzenie go do kauczuku jest bardzo łatwe i szybkie, jednak otrzymuje się gumę o własnościach mechanicznych mało zadowalających, gdyż klej suchy powoduje porowatość gumy. Innymi słowy, klej suchy do mieszanek gumowych nie nadaje się.

Wobec tego przystąpiono do opracowania mieszanek gumowych z klejem wilgotnym. I tu wystąpiły pewne trudności. W literaturze fachowej nie spotyka się opisu metody wprowadzania kleju do mieszanek gumowych, zwłaszcza że, sądząc z danych literatury, do-

C A 1.

mechaniczne mieszanek gumowych.

o przemiale „N"

A — Wydłużenie w procentach.
B — Wytrzymałość w *kg/cm²*
$\frac{A.B}{1000}$ — Iloczyn natężenia.
C — Zmiana iloczynu natężenia.

po 96 godz. przyspieszonego starzenia w bombie Emerson'a															
Ilości wody, dodawane do kleju															
15 cz.				17,5 cz.				22 cz.				26,5 cz.			
A	*B*	$\frac{A.B}{1000}$	*C*	*A*	*B*	$\frac{A.B}{1000}$	*C*	*A*	*B*	$\frac{A.B}{1000}$	*C*	*A*	*B*	$\frac{A.B}{1000}$	*C*
683	225	154	+16,6%	655	209	137	— 1,5%	672	220	148	+13,5%	674	214	144	+10,5%
636	187	119	—11,8%	655	214	140	— 0,7%	650	174	113	—13,0%	627	180	113	— 9,6%
643	168	108	—20,5%	612	147	90	—30,8%	641	176	113	—14,4%	594	131	78	—39,5%
656	241	158	+ 6,7%	646	241	166	+32,8%	633	222	141	+ 2,9%	638	227	145	+ 7,4%
623	206	128	— 1,0%	650	189	125	— 8,2%	616	173	107	—14,4%	583	160	93	—30,6%
594	174	116	—11,2%	644	163	105	—22,3%	611	178	109	—19,0%	591	163	96	—19,3%
612	226	138	— 5,4%	633	241	153	+ 8,5%	612	243	149	0,0%	587	222	130	— 7,1 %
596	193	115	—19 0%	606	194	118	—16,0%	591	206	122	—14,0%	566	183	104	—24 %
577	168	97	—29,1%	591	164	97	—25,3%	566	173	98	—24,6%	561	164	92	—32,3%
562	214	120	—11 7%	583	207	121	— 9,0%	578	220	127	—11,8%	553	228	126	—11,1%
533	177	94	—30,7%	583	198	115	—19,0%	558	198	110	—21,4%	546	184	100	—21,0%
536	160	86	—32,7%	553	193	107	—17,7%	528	157	83	—32,5%	520	170	88	—32,8%
550	238	131	—16,5%	583	260	152	+ 5,5%	558	214	119	—16,7%	538	221	119	—12,5%
525	199	105	—26,5%	566	226	128	— 6,5%	520	190	99	—18,8%	475	146	69	—60,7%
500	181	91	—34,0%	527	170	90	—26,2%	522	171	89	—21,9%	493	169	83	—38,2%
543	245	133	—19,8%	539	237	128	—10,5%								
533	247	132	— 8,3%	533	231	123	—10,8%								
541	240	130	— 6,4%	533	220	117	—11,3%								
533	223	119	—15,0%	458	200	92	—25,2%	500	194	97	—20 4%	500	194	97	—21,1%
500	185	93	—30 %	441	168	74	—37,8%	466	164	76	—29,6%	475	174	83	—30,2%
500	174	87	—29,8%	421	143	60	—53,8%	483	176	85	—26,7%	455	139	63	—42,7%
566	255	144	+12,5%	558	235	131	+10,8%								
550	246	135	— 9,3%												
521	249	130	—15,0%	533	218	116	—13,4%								
524	253	133	— 1,4%	520	209	109	—13,5%								
500	236	118	— 2,4%	500	197	99	—18,8%								
504	222	112	—14,5%	463	192	89	—22,6%	441	175	77	—40,0%	450	190	86	—25,2%
487	194	94	—23,5%	450	166	75	—31,1%	393	148	58	—44,7%	377	120	45	—53,0%
461	171	79	—36,8%	429	147	63	—50,0%	391	135	53	—50,9%	405	136	55	—49,0%
550	243	134	—14,1%												
562	247	139	— 7,0%												

TABLICA 2.

Badania mieszanki podstawowej

Czas wulkanizacji	Z antyutleniaczem							Bez antyutleniacza						
	w stanie świeżym			po 96 godzinach starzenia w bombie Emerson'a				w stanie świeżym			po 96 godzinach starzenia w bombie Emerson'a			
	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	C	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	C
30′	743	186	138	690	222	153	+ 10,8%	738	186	137	677	196	133	— 2,9%
40′	743	186	138	688	207	142	+ 2,9%	689	176	121	683	177	120	— 0,8%

TABLI

Wpływ kwasowości kleju na własności

Badania przy zawartości 15 cz. wody na

%-wa zawartość kleju	Czas wulkanizacji	Próbki w stanie świeżym														
		Różne kwasowości kleju														
		$Ph = 5$			$Ph = 7,9$			$Ph = 6,5$			$Ph = 6,1$			$Ph = 5,5$		
		A	B	$\frac{A.B}{1000}$	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	A	B	$\frac{A.B}{1000}$
5	20′	711	180	128	696	185	129	708	187	132	733	182	133	672	156	105
	30′	690	205	141	676	185	125	705	192	135	708	206	146	683	194	133
	40′	700	218	153	686	186	128	700	194	136	691	202	140	663	198	131
10	20′	683	213	145	637	210	134	683	217	148	679	208	141	658	201	132
	30′	670	224	150	637	202	129	650	200	130	675	214	144	650	206	134
	40′	666	227	151	620	188	117	671	212	142	660	196	129	633	196	124
15	20′	616	213	131	650	232	151	654	224	146	644	244	157	640	217	139
	30′	624	201	125	623	199	124	646	220	142	643	237	152	629	215	135
	40′	542	232	126	624	200	125	644	213	137	633	236	149	626	191	120
20	15′	650	232	151	641	232	149									
	20′	640	251	161	629	225	142	626	217	136	633	240	152	640	237	152
	30′	610	224	137	610	204	124	621	218	135	619	232	144	624	228	142
	40′	616	214	132	603	196	118	620	207	128	612	210	129	591	212	125
25	15′	650	243	158	616	241	148	643	243	156	612	222	136	630	248	156
	20′	630	244	154	613	231	142	619	253	157	608	230	140	600	252	151
	30′	619	232	144	600	211	127	612	234	143	590	221	130	583	234	136
	40′	600	215	129	606	214	130	604	229	138	600	213	128	586	225	132
30′	6′	676	232	157	650	248	161							661	209	138
	8′	673	239	161	611	245	150	641	234	150	645	250	161	646	225	145
	10′	666	235	157	603	259	156	654	254	166	628	247	155	620	234	145
	12′	616	232	143	616	269	166	616	234	144	626	247	155	626	235	147
	15′	608	236	143	613	254	156	606	230	139	629	241	152	600	238	143
	20′	605	237	143	573	244	140	600	233	140	591	222	131	589	239	141
	30′	596	231	138	570	231	132	600	222	133	593	228	135	594	229	136
	40′	587	216	128	566	221	125	590	211	124	600	212	127	576	214	123
35	6′	655	230	151	620	236	146	604	204	123	641	221	142	613	209	128
	8′	633	229	145	606	250	152	637	234	149	633	236	149	616	240	148
	10′	630	230	145	593	254	151	621	247	153	626	238	149	624	244	152
	12′	620	230	145	600	259	155	578	233	135	596	238	142	610	246	150
	15′	616	232	143	590	240	142	560	216	121	591	238	141	593	243	144
	20′	591	225	133	563	247	139	566	231	131	587	217	127	574	239	137
	30′	571	216	123	566	236	134	566	218	123	566	211	119	566	223	126
	40′	572	210	120	563	219	123	576	217	125	558	195	109	566	224	127

dawany on był do mieszanek w małych stosunkowo ilościach. Ponieważ klej, dodawany przez nas w dużych ilościach, bezpośrednio do mieszanek, kleił się do walców (ze względu na podwyższoną temperaturę ok. 60⁰), nie można go było wmieszać; kauczuk rwał się i to uniemożliwiało dobre wymieszanie mieszanki i wykonanie jej w danym czasie. Należało więc opracować sposób wprowadzania kleju do kauczuku. Postanowiono zatem wykonywać mieszankę wstępną (*master balch*) z czystego kleju z kauczukiem i w tej postaci dopiero dodawać. Ten sposób powszechnie jest znany w technice gumowej, w wypadkach, gdzie chodzi o dobre rozproszenie składnika w mieszance (barwniki z kauczukiem, przyśpieszacze z kauczukiem itp.).

Przy opracowaniu poniższej metody wzięto pod uwagę sposób wykonania mieszanki wstępnej—w tym wpływ temperatury walców, wpływ rozstawienia walców i wpływ czasu walcowania.

C A 3.

mechaniczne mieszanek gumowych.

100 cz. kleju-przemiału „N“

po 96 godz. przyspieszonego starzenia w bombie Emerson'a																			
Różne kwasowości kleju																			
Ph = 6,5				*Ph* = 6,1				*Ph* = 5,5				*Ph* = 5				*Ph* = 7,9			
A	B	$\frac{A.B}{1000}$	C	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	C	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	C	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	C	A	B	$\frac{A.B}{1000}$	C
683	225	154	+16,6%	696	232	161	+21,5%	663	220	146	+39,0%	566	142	80	—38,0%	600	195	117	— 9,3%
636	187	119	—11,8%	672	207	159	— 4,8%	630	206	130	—2,2 %	533	123	66	—53,1%	583	163	95	—24 %
643	168	108	—20,5%	666	178	131	— 6,4%	621	180	112	—14,5%	561	140	79	—48,3%	591	157	93	—26,5%
656	241	158	+ 6,7%	654	216	141	0%	646	240	155	+17,4%	577	199	115	—20,6%	608	237	144	+ 7,4%
623	206	128	— 1,07%	620	181	112	—22,2%	640	229	147	+ 9,7%	538	156	84	—49,3%	595	216	129	0%
594	174	116	—11,2%	588	160	94	—27,4%	574	151	87	—29,8%	523	127	56	—56,2%	574	170	98	—15,3%
612	226	138	— 5,4%	612	245	150	— 4,4%	633	228	144	+ 3,6%	550	189	104	—20,6%	573	229	131	—13,2%
596	193	115	—19 %	563	194	109	—28,2%	583	189	110	—18,5%	519	140	73	—41,6%	578	179	103	—16,9%
577	168	97	—29,1%	591	101	113	—24,1%	574	167	96	—20,0%	496	117	58	—53,9%	554	192	106	—15,2%
												579	226	131	—13,2%	583	254	148	— 0,7%
562	214	120	—11,7%	572	215	123	—19,07	574	234	134	—11,8%	541	208	113	—29,8%	520	195	101	—28,8%
533	177	94	—30,7%	566	196	111	—22,9%	571	206	118	—17,0%	506	163	82	—40,1%	550	205	113	8,8%
536	160	86	—32 7%	539	165	89	—31,0%	566	186	105	—16,0%	496	131	65	—50,7%	491	140	69	—41,5%
550	243	134	—14,1%	576	239	138	+ 1,47%	562	254	143	— 8,3%	583	249	145	— 8,2%	521	231	120	—18,8%
550	238	131	—16,5%	533	205	109	—22,16%	526	224	118	—21,8%	508	190	97	—37,0%	558	241	134	— 5,6%
525	199	105	—26,5%	529	190	101	—22,3%	527	215	113	—16,9%	493	168	83	—42,3%	550	187	103	—18,[illegible]%
500	181	91	—34,0%	508	160	81	—28,75%	520	191	99	—25,0%	490	146	72	—44,1%	566	192	109	—16,1%
								583	235	137	— 0,7*K*	566	224	127	—19,1%	544	265	144	—10,5%
562	247	139	— 7,03%	573	258	148	— 8,07%	573	252	144	— 0,6%	561	229	128	—20,4%	543	283	154	— 2,6%
543	245	133	—19,8%	563	252	142	— 8,4%	574	260	149	+ 2,7%	560	236	132	—15,9%	535	283	151	— 3,2%
533	247	132	— 8,3%	541	249	135	—12,9%	546	246	134	— 8,8%	582	243	141	— 1,4%	516	280	144	—13,2%
541	240	130	— 6,4%	553	240	133	—12,5%	569	239	136	— 4,8%	555	223	124	—13,2%	491	241	118	—24,3%
533	223	119	—15,0%	506	201	102	—22,1%	566	234	132	— 6,3%	537	218	117	—18,1%	521	254	132	— 5,7%
500	185	93	—30,0%	516	209	108	—20,0%	533	191	102	—25,0%	507	181	92	—33,8%	516	222	115	—12,8%
500	174	87	—29,8%	493	180	89	—29,9%	505	169	85	—30,1%	483	157	76	—40,1%	458	161	74	—40,8%
566	255	144	+12,5%	591	252	149	+ 5,0%	574	249	143	+11,7%	571	226	129	—14,5%	550	283	156	+ 6,8%
550	246	135	— 9,3%	550	245	135	— 9,4%	543	258	140	— 5,4%	595	253	151	+ 4,1%	526	269	141	— 7,2%
521	249	130	—15,0%	540	246	133	—10,7%	554	249	138	— 9,2%	555	243	135	— 6,8%	512	267	137	— 9,2%
524	253	133	— 1,5%	529	245	130	— 8,4%	537	246	132	—12,0%	541	231	125	—13,7%	558	287	160	+ 3, %
500	236	118	— 2,4%	520	241	125	—11,3%	533	237	126	—12,5%	536	226	121	—15,9%	453	235	106	—26,0%
504	222	112	—14,5%	493	208	103	—18,9%	506	210	106	—22,4%	520	211	110	—17,2%	446	192	86	—38,1%
487	194	94	—23,5%	466	189	88	—26,0%	500	204	102	—19,0%	505	195	98	—20,3%	461	193	89	—33,5%
461	171	79	—36,8%	470	172	81	—25,6%	483	182	88	—30,7%	508	175	89	—25,8%	446	161	72	—41,4%

Metoda wwalcowywania kleju jest następująca: Klej zwilża się przez spryskiwanie go wodą z rozpylacza i pozostawia się do dnia następnego, aby napęczniał. Tak przygotowany klej miesza się z kauczukiem na walcach w stosunku 1 : 1, licząc na klej technicznie suchy (100 *g* *smoked* na 100 kleju). Walcowanie mieszanki trwa 10 *min* na walcach nieogrzewanych. Podczas pracy na walcach następuje tylko częściowe odparowanie wody z kleju, tak, że po przeliczeniu klej waży jeszcze ponad 100 *g*. W ten sposób po odpowiednim rozważeniu dodaje się już klej w dowolnych ilościach do mieszanki, uwzględniając również dodawany razem z nim kauczuk.

Przy wykonaniu tego rodzaju mieszanki trzeba zwrócić uwagę na następujące czynniki:

1) Wpływ temperatury walców: Jak już wspomniano, mieszankę przygotowuje się na walcach nieogrzewanych, ale również i niechłodzonych. Wskutek tarcia walce ogrzewają się i tym ciepłem częściowo odparowuje woda, zawarta w kleju. Temperatura w końcu walcowania dochodzi do 50°. Gdyby ogrzewać walce od początku walcowania, klej, wskutek podwyższenia temperatury, zrobiłby się lepki i kleiłby się do walców, następnie woda wyparowałaby szybko i suchy klej, twardy nie wmieszałby się do kauczuku.

2) Wpływ rozstawienia walców: Mieszankę należy przygotowywać na szeroko rozstawionych walcach, celem lepszego wymieszania się kleju z kauczukiem, aż do momentu odklejenia się mieszanki od walców; w dalszym ciągu pracy mieszankę można walcować przy małych rozstępach między walcami, już bez przyklejania się jej do walców.

3) Wpływ czasu walcowania: Czas walcowania mieszanki wstępnej wpływa w dużym stopniu na własności mechaniczne badanych mieszanek. Jak wyżej już podano, czas walcowania wynosi 10 *min* i należy unikać przekroczenia tego czasu. 10 *min* wystarcza na dobre wymieszanie kauczuku z klejem, natomiast przedłużenie walcowania powoduje niepotrzebne zmęczenie kauczuku i dodawanie go do mieszanki badanej wywołuje następnie gorsze własności mechaniczne w stanie świeżym i po starzeniu.

Wobec rozwiązania kwestji wprowadzenia kleju do mieszanek przystąpiono do szczegółowych badań mieszanek z klejem wilgotnym.

Należało przede wszystkim ustalić minimum wody, potrzebne do całkowitego zwilżenia kleju i tak je dobrać, by woda, pozostająca częściowo w gotowym wulkanizacie, nie powodowała pogorszenia własności mechanicznych. Dodawano więc od 15 do 26,5 części wody na 100 cz. kleju, licząc na klej technicznie suchy (w rzeczywistości zawiera on około 14% wody konstytucyjnej), przy czym przeprowadzono badania z klejem o przemiałach różnych. W handlu są cztery przemiały kleju — ,,N" gruby, zwany normalnym; ,,L"—drobny; ,,40"—klej przesiany przez sito Nr. 40; ,,80" —klej przesiany przez sito Nr. 80.

Przekonano się, że przemiał ,,N" (gruby) jest najodpowiedniejszy dla techniki gumowej, gdyż umożliwia równomierne spryskanie kleju, podczas gdy przy przemiałach drobniejszych zbija się on w grudki co utrudnia wprowadzenie go do mieszanek. Dlatego też wyniki badań wpływu ilości wody w kleju na mieszanki gumowe są podane z przemiałem ,,N".

Najlepsze wyniki otrzymano przy 15 i 17,5 częściach wody na 100 części kleju (tablica 1 str. 2 i 3).

Przekonano się przy tym, że dodawanie kleju w ilości do 35% w stosunku do użytego kauczuku, przy danym przyśpieszaczu typu kwaśnego (*Vulcacit DM*), nie wpływa ujemnie na własności mechaniczne gumy, a przeciwnie klej wilgotny okazał się wyraźnie aktywnym napełniaczem, zwiększającym z jednej strony wytrzymałość gumy na rozerwanie, z drugiej zaś działającym wybitnie przyśpieszająco na proces wulkanizacji, przy czym zwiększenie ilości kleju z 10% do 35% skraca czas wulkanizacji trzykrotnie. Innymi słowy istnieje prosta zależność między ilością kleju w mieszance, a przyśpieszeniem przez to wulkanizacji.

Odporność na starzenie się mieszanek z klejem jest gorsza, niż mieszanki bez kleju. Dla porównania przyrządzono mieszankę zasadniczą o składzie, podanym na początku pracy, bez antyutleniacza i mieszankę z jedną częścią fenilo-β-naftyloaminy na 100 części *smoked sheets*, (tablica 2 str. 4). Jednak w warunkach optymalnych, odporność na starzenie się jest zupełnie dobra (przyjmuje się po 96 *godz* przyśpieszonego starzenia w bombie Emersona stratę iloczynu natężenia do 30%).

Zbadanie wpływu kwasowości kleju na gumę dało szereg wyników ważnych tak dla fabrykacji kleju kostnego, dostosowanego do gumy, jak i dla samych mieszanek gumowych. Pracowano z pięcioma różnymi kwasowościami kleju, począwszy od kleju bardzo kwaśnego przez obojętny do zasadowego (od p_H=5 do p_H=7,9). Okazało się że kwasowości kleju p_H=6,1, 6,5 i 5,5 nie mają wpływu o tyle, że własności mechaniczne mieszanek ulegają minimalnej zmianie. Natomiast klej o p_H=5 opóźnia czas wulkaniza-

cji mieszanek w stosunku do kwasowości poprzednich i wpływa ujemnie na starzenie się gumy; otrzymuje się spadek iloczynu natężenia dochodzący do 50%, czego już nie można przyjąć za dobre.

Klej o p_H=7,9 przyśpiesza jeszcze bardziej czas wulkanizacji, niż klej o p_H=6,5, co daje się zauważyć przy niższych zawartościach kleju w mieszankach. Spadek iloczynu natężenia po przyśpieszonym starzeniu jest mniejszy, niż przy kleju bardzo kwaśnym, t. j. p_H=5 (tablica 3 str. 4 i 5).

Wpływem kwasowości zostało wyczerpane pierwsze zagadnienie planu pracy.

Z kolei przystąpiono do opracowania mieszanek z klejem i gliceryną.

Badania tego rodzaju mieszanek przeprowadzono w celu przekonania się, czy klej, zawierający glicerynę, bez zwilżenia go wodą, da się wprowadzić do kauczuku. Jednakże doświadczenie to nie udało się. Klej, bezwzględu na grubość ziarna, jest z gliceryną suchy i nie daje się bez zwilżenia wprowadzić do mieszanki.

Dodatek gliceryny nie polepsza własności wytrzymałościowych—zwiększa wydłużenie i bardzo zwalnia wulkanizację.

Wobec negatywnych wyników dodatek gliceryny do kleju nie ma znaczenia w zastosowaniu kleju do gumy.

Wyniki prac nad punktem 5 i 6 planu zostaną podane w następnym artykule.

RÉSUMÉ.

1) La colle forte sèche, même de moutures fines, ne donne pas une masse homogène avec le mélange de caoutchouc.

2) La colle forte humide, avec 15 a 17,5% de contenu d'eau, se comporte comme charge active parce qu'elle:

a) augmente la tension à la rupture du mélange de caoutchouc;

b) accélère le procés de vulcanisation proportionellement au contenu de la colle forte.

3) L'acidité marquée de la colle forte relentit le procès de vulcanisation et diminue la résistence au vieillissement de la gomme. Le pH entre 6 et 6,5 a été trouvé être le meilleur.

4) L'addition de la glycérine ne produit aucune influence positive; en outre elle relentit nettement la vulcanisation.

Opanowanie zewnętrznej formy kryształów podczas krystalizacji

Sur la modification de la forme extérieure des cristaux en cours de la cristallisation

Inż. Jerzy GRZYMEK

Zakład Nieorganicznej Technologji Chemicznej Politechniki Lwowskiej

Nadeszło 15 lutego 1938

Jednym z podstawowych zagadnień prowadzonej krystalizacji jest zewnętrzna forma określona wielkością ziarna i wzajemnym stosunkiem osi w krysztale, od których będzie zależało czy będziemy mieli do czynienia z formą blaszkową, ziarnistą czy też iglastą otrzymanego kryształu.

Cel opanowania zewnętrznej formy produktu krystalicznego może być wielostronny, wystarczy tu wspomnieć o zdolnościach filtracyjnych i dekantacyjnych osadów krystalicznych[1]), wzbogaceniu opartym na rozszlamowaniu różnej wielkości i kształtu ziarn krystalicznych[2]), dalej szybkości rozpuszczania, hygroskopijności, ciężarach objętościowych i czystości otrzymanej soli. My zajmiemy się głównie roztworami solnymi w wodzie, bo na nich przeprowadziliśmy doświadczenia, a co do wniosków dotyczących zjawisk krystalicznych odbywających się w innych fazach, wyprowadzamy je na drodze porównawczej. Pierwsza część zadania, to znaczy otrzymanie ziarna dowolnej grubości, została rozwiązana we wszystkich fazach reakcyjnych przez zmianę szybkości chłodzenia i zakażanie roztworów przesyconych ściśle określoną ilością zarodników. Natomiast rozwiązanie zagadnienia dowolnej zmiany wzajemnego stosunku osi napotkało na znaczne przeszkody natury technicznej. Trudności te wynikły z nieznajomości właściwego czynnika, mającego zasadniczy wpływ na kierunkowy wzrost ścian kryształu.

Dotychczas były dwa poglądy na tę sprawę. Jeden z nich reprezentowany przez Marca[3]), przypisujący zmianę wzajemnego stosunku osi w krysztale wpływowi ciał trzecich jakimi są koloidy i związki absorbowane na pewnych ścianach kryształu i dzięki temu utrudniające narastanie w tym kierunku i stąd wywołujące zmianę formy zewnętrznej kryształu. Drugi pogląd wypowiadany przez Nernsta i zrealizowany w niemieckich patentach Dr Zahna[4]) na prowadzenie ciągłej krystalizacji w jego tak zwa-

[1]) Nordengreen Chemische Fabrik 6. J. N. 49. s. 497.

[2]) Tadeusz Kuczyński, Pat. pol., 20678. Z. Stanisz, Przemysł chem. 18, 25, (1934).

[3]) Z. Elektrochem. 15, 681 (1909).

[4]) Pat. niem. 351947, 333304.

nych kołyskowych i rurowych krystalizatorach, przypisuje dyfuzji, a więc mieszaniu główną rolę w bu'owie formy krystalicznej. Właśnie przy badaniu przez nas wpływu dyfuzji na wzajemny stosunek osi w krysztale doszliśmy do wniosku, że główny wpływ podobnie jak na wielkość ziarna, tak i na wzajemny stosunek osi wywiera przede wszystkim przesycenie roztworu. Poparcie naszego poglądu znaleźliśmy w całym szeregu prac. Najpoważniejszymi z nich są prace K. Spangenberga[5]), w których autor doszukuje się innego wpływu poza dyfuzją na szybkość narastania ścian. Ponieważ dyfuzja nie tłumaczy mu wszystkich zjawisk krystalizacyjnych, przyjmuje on rozmaite własności fizyczne dla poszczególnych ścian kryształu. Dalej prace Brehmenburga[6]) ujmują zależność szybkości parowania, nasyconych roztworów siarczanu potasowego od wzajemnego stosunku osi kryształu. Askenazy i Nessler[7]) zauważyli przy krystalizacji kwaśnego fosforanu sodowego, że w zależności od szybkości krystalizacji otrzymuje się rozmaite formy tej soli. Poza tym liczne prace L. Royera[8]) i Ganbesta[9]) potwierdzają przeprowadzone nasze doświadczenia o wpływie przesycenia na zewnętrzną formę kryształu. Żaden jednak z tych autorów nie wyciąga wniosku i nie łączy formy zewnętrznej kryształu od ziarnistej przez blaszkową do iglastej, która w sposób ciągły jest zależna od przesycenia. Wyżej wymienieni autorzy wogóle nie zdawali sobie sprawy, że zjawiska takie jak szybkość krystalizacji czy też szybkość odparowania, a nawet działanie koloidów wywoływały przedewszystkiem zmianę przesycenia w roztworze, a to dopiero w sposób decydujący wpływało na postać kryształu.

Poniżej podajemy teoretyczne uzasadnienie naszego twierdzenia.

Najbliższą naszych dociekań wpływu przesycenia na kierunkowy wzrost kryształów jest zasada Cabego[10])

$$\frac{dL}{dl} = k \cdot f \cdot (C - C_0).$$

L jest prędkością linjowego wzrostu danej ściany

C koncentracją roztworu przesyconego

C_0 koncentracją roztworu nasyconego względem kryształu dużego normalnie wykształconego.

Zasada ta stwierdza, że wszystkie kryształy z tego samego materiału i o podobnym kształcie zawieszone w tym samym roztworze będą wzrastać wedle tego samego równania czyli z jednakową szybkością liniową. Nasuwa się więc pytanie, w jakim stosunku wzajemnym będą wzrastać ściany kryształów z tego samego materiału, ale w różnych roztworach t. zn. w różnych warunkach przesyceniowych.

Rozszerzając zasadę Cabego możemy przypuścić, że w zmiennych warunkach przesyceniowych kryształ nie zachowuje geometrycznego podobieństwa do pierwotnej postaci.

W jakim stosunku zmieni się wzajemny stosunek osi w krysztale od przesycenia, możemy wywnioskować na podstawie trzech równań liniowego wzrostu ułożonych dla trzech osi kryształu:

$$\frac{dx}{dl} = f \cdot (\Delta C); \quad \frac{dy}{dl} = (\Delta C); \quad \frac{dz}{dl} = F \cdot (\Delta C).$$

Zakładając, że funkcja $f(\Delta C) = F(\Delta C)$, gdy będziemy zmieniać przesycenie ΔC to różnym funkcjom jakie przedstawiają nam te równania będą odpowiadały rozmaite liniowe prędkości wzrostu wzdłuż osi x i osi y. Jeżeli wzrost przesycenia będzie wywoływał większą szybkość liniowego wzrostu w kierunku osi y aniżeli w kierunku osi x, to przy wzroście przesycenia powstanie tendencja do wytwarzania się form iglastych. Jeżeli wzrost przesycenia będzie wywoływał zjawisko odwrotne, otrzymamy formy blaszkowe o blaszkach coraz to cieńszych w miarę wzrostu wartości ΔC. W warunkach kiedy $\Delta C \longrightarrow 0$, tak w jednym jak i w drugim wypadku otrzymamy formy ziarniste. Dla ułatwienia rozumowania przedstawiamy to zjawisko graficznie na rycinie 1 i nazwiemy pole form iglastych znajdujące się po prawej stronie od osi y polem pozytywnym, po lewej stronie istniejące pole form blaszkowych polem ujemnym, zaś pole ziarniste zbliżone tak z jednej jak i z drugiej strony do osi y, w którym stosunek y/x wyraża się cyfrą 1 : 0,7 do 1 : 1,3 polem obojętnym.

Dotychczasowe przypuszczenia, że zmianę formy zewnętrznej uzyskać można tylko przez zastosowanie koloidów i barwników adsorbujących się jak n. p. błękitu metylowego, brunatu bismarka albo campechu w odniesieniu do siarczanu potasowego, wydaje się nieuzasadnione. Nie ulega wątpliwości, że mają one wpływ na zarodnikowanie przez wywołanie absorpcji micelowej i zwięk-

[5]) K. Spangenberg. *Neuere Untersuchungen zum Wachstum u. Auflösung von Kristallen.* Z. anorg. Chem. **39**, 304, (1936).

[6]) H. Brehmenburg. *Tracht und Habitus von Krystallen und deren Beeinflussung.* K_2SO_4. Bonn 1935.

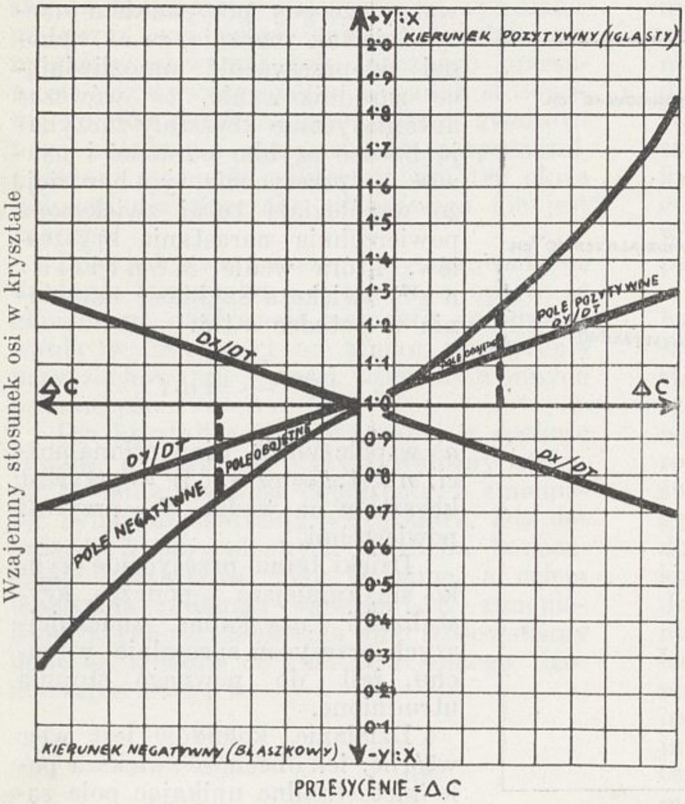
[7]) Askenazy. F. Nessler. Z. anorg. Chem. **189**, 305, (1930). *Synteza* K_2HPO_4.

[8]) Compt. rend. **198**, 185, 949 i 1869, (1934). L. Royer Bull, soc. franc. Mineral. **51**, 7 i 159, (1928).

[9]) Ganbest. Compt. rend. **180**, 378, (1925).

[10]) Mc. Cabe. Ind. Eng. Chem. **21**, 30, (1929) *Wzrost kryształów w roztworach wodnych.*

szenie wiskozy. W wypadku jednak wpływu koloidów na wzrost kryształów to dotychczasowe tłumaczenie wydaje się dość problematycznym. Tłumaczenie to przyjmuje, że na krysztale tworzą się warstwy ochronne składające się ze stosunkowo bardzo wielkich



Rycina 1

cząstek koloidu, które musiałyby się tworzyć i na znacznie mniejszych elementarnych zarodkach. Raczej więc należałoby przypuścić, że obecność koloidów wpływa na przesycenie się roztworów dzięki utrudnianiu zarodnikowania.

Celem dokładnego wyjaśnienia sprawy, będziemy musieli przytoczyć po krótce teorję przesycania się roztworów i krystalizacji. Samo zjawisko krystalizacji przebiega w dwóch stadjach: 1) zarodnikowania, 2) narastania kryształów. Zarodnikiem nazwiemy element siatki krystalicznej o pełnym składzie jonów w ilości ściśle określonej strukturą chemiczną i przynależnością ciała do danego układu i klasy krystalograficznej na którym może się odbywać narastanie z roztworu o pewnym stopniu przesycenia Taki element kryształu jest dla ciał prostych rzędu 10^{-8} *cm*, dla bardziej skomplikowanych, posiada wymiary linjowe 10^{-7} *cm*.[11]). Tworzenie się więc zarodka będzie przede wszystkim uzależnione od stosunku liczby skutecznych zderzeń do liczby wszystkich kolizij zachodzących.

Na stosunek ten, jak to widzimy już z naszej definicji zarodka elementarnego, ma wpływ struktura chemiczna i krystalograficzna, szybkość poruszających się cząstek, średnica molekularna i temperatura bezwzględna, dalej obecność ciał trzecich, a przedewszystkiem koloidów zwiększających lepkość roztworów i tworzących micele z adsorbowanymi jonami elektrolitu, oraz innych ciał stałych n. p. pyłów nierozpuszczalnych o tej samej albo podobnej strukturze, lub obecność chropowatych powierzchni[12]), dalej przynależność danego ciała do czterech typów α, β, γ, δ, które zmieniają t. zw. okres indukcji czyli czas opóźniania zarodnikowania[13]). Możemy więc sobie wyobrazić, że zarodek elementarny może powstać zależnie od wielu czynników, głównie zaś od przesycenia. Przesycenie dla zarodka elementarnego musi być bardzo znaczne, ponieważ zarodek taki jest o wiele więcej rozpuszczalny od kryształów już widzialnych w stożku świetlnym w ultramikroskopie. Jest to zresztą zupełnie zrozumiałe, ponieważ do zawiązania zarodka potrzebna jest znacznie większa ilość zderzeń skutecznych dla wywołania zetknięcia wszystkich jonów równocześnie wchodzących w skład siatki elementarnej, gdy w miarę wzrostu kryształu odbywa się już tylko wychwytywanie znacznie prostszych kompleksów, tem też tłumaczy się istnienie pola zarodnikowania i narastania leżącego w całym polu przesyceniowym. Wzrost kryształu jest uzależniony od dyfuzji, która ze swej strony jest funkcją temperatury i lepkości cieczy. Mieszanie ułatwia dyfuzję, na skutek czego zwiększa się chyżość narastania; dzieje się tak jednak tylko do pewnej wartości maksymalnej, powyżej tej optymalnej wartości mieszanie już dalszego wpływu na kryształ nie wywiera. Obecność ciał trzecich w myśl prawa absorbcji wpływa na szybkość narastania poszczególnych ścian kryształu w zależności od zdolności absorbcyjnych tych ścian i koncentracji dodanego ciała. O ile tymi ciałami są koloidy, zwiększają one lepkość całego roztworu, co też może zmniejszyć kinetykę całego procesu. Poza tym efekty cieplne jak ciepło krystalizacji, ciepło właściwe kryształu, przewodnictwo cieplne wywierają też swój wpływ, któ-

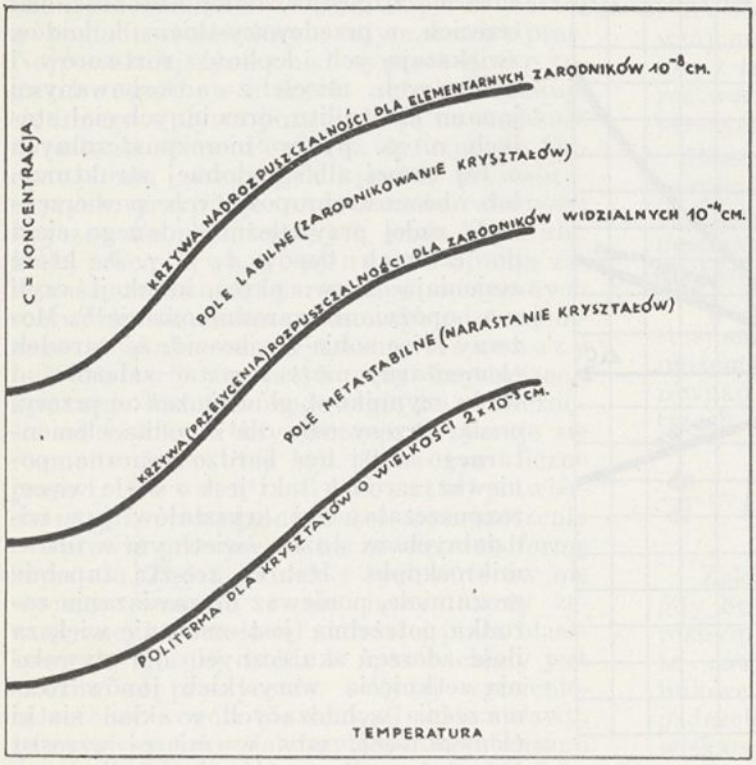
[11]) O s t w a l d. *Verwandschaftslehre* cz. I. Weitere Untersuchung der Überkaltungserscheinungen.

[12]) H. H. T i n g. Ind. Eng. chem. **26**, 1201, (1934). O s t w a l d. *Verwandschaftslehre* l. c.

[13]) E r n s t B e r l. *Chemische Ingenieur-Technik*. Kern oder Keimbildungs- u. Kristalisationsverzögerung, str. 188. W. M. F i s c h e r.

ry wzór Fischera[14]) ujmuje nawet w sposób ścisły. Podstawowe jednak znaczenie przy wzroście kryształu ma zauważone przez nas przesycenie roztworów.

Na podstawie tego co już powiedzieliśmy o zarodnikowaniu i prac H. Tinga[15]) możemy sobie wyobrazić pole przesycenia na



Rycina 2

rycinie 2 przedstawiającej krzywą rozpuszczalności, która z jednej strony będzie ograniczona politermą wyrażoną koncentracją roztworu stojącego w równowadze z normalnie wykształconymi dużymi kryształami[16]) o wymiarach 2×10^{-3} *cm*. Górną granicą tego pola będzie krzywa nadrozpuszczalności elementarnych zarodników o wymiarze 10^{-8} *cm*. Całe pole przesycenia będzie podzielone krzywą rozpuszczalności zarodników widzialnych w ultramikroskopie o wymiarach 10^{-4} *cm*. Znajdując się w polu zarodnikowania (labilne) po upływie okresu indukcji, który jest zależny od przynależności ciała do czterech grup Fischera następuje samorzutne zarodnikowanie. Po wejściu w pole narastania (metastabilne) zaszczepienie jest konieczne do zapoczątkowania krystalizacji. Gdy zaszczepiony zarodek zaczyna narastać, to proces ten odbywa się ze znacznie większą chyżością, ponieważ przesycenie cieczy względem dużych kryształów jest większe. Fakt, że szybkość narastania kryształów zależy od kwadratu przesycenia jest dla nas o tyle ważny, że gdy przypadkiem przesyca się tak znacznie, że aż wchodzi w przesycenie umożliwiające zarodnikowanie, to wówczas automatycznie kryształy zaczynają bardzo szybko narastać i usuwać to przesycenie, tym bardziej, że współdziała tutaj zwiększona powierzchnia narastania kryształów, która wedle Montillona[17]) zwiększa szybkość narastania w potędze *n*-tej:

$$10^{-3}\frac{W}{S} = a\cdot t^n$$

a współczynnik proporcjonalności, $n > 1$, $t =$ czas, $W =$ przyrost kryształu na wadze, $S =$ przyrost powierzchni.

Dzięki temu przesycenie szybko się zmniejsza i podczas krystalizacji uzyskanie znaczniejszych przesyceń specjalnie w ruchu, jest do pewnego stopnia utrudnione.

Działanie koloidów jest więc wtórne, ich obecność zwiększa pole metastabilne unikając pola zarodnikowania, a co za tym idzie pozwala nam to na uzyskiwanie większego Δ *C*, które odpowiada polu silnie pozytywnemu. W zwykłych warunkach, operując tylko fizycznymi czynnikami, możemy wywołać tak wysokie przesycenie bez wywołania zarodnikowania tylko dla soli należących do typu γ, β, posiadających znaczny okres indukcji, stromą politermę rozpuszczalności i znaczną rozpuszczalność, stosując równocześnie bardzo gwałtowne chłodzenie roztworów nasyconych, albo ich szybkie odparowywanie. Zwiększenie szybkości krystalizacji nie jest czynnikiem mającym bezpośredni wpływ na postać kryształu, bo właśnie szybkość krystalizacji jest regulowana przesyceniem się roztworu.

Wywody te znalazły całkowite potwierdzenie w doświadczeniach, jakie przeprowadziliśmy nad krystalizacją siarczanu potasowego z jego wodnych roztworów z zastosowaniem i bez zastosowania koloidu, jakimi są sole sodowe sulfokwasów uzyskanych z ropy naftowej. O wielkości przesunięcia w pole pozytywne po zastosowaniu koloidu

[14]) Fischer. Z. annorg. allg. Chem. **181**, 410, (1929). **200**, 57, (1931).

[15]) H. H. Ting. Mc. Cabe. *Przesycenie i tworzenie się kryształów w roztworach zaszczepionych.* Ind. Eng. Chem. **26**, 1201, (1934).

[16]) Mc. Cabe. *Wzrost kryształów w roztworach wodnych.* Ind. Eng. Chem. **21**, 30, (1929).

[17]) Montillon. Ind. Eng. Chem. **19**, 809, (1927)

daje nam wyobrażenie fakt, że po odfiltrowaniu K_2SO_4 wykrystalizowanego z silnie przesyconych jego roztworów wodnych otrzymaliśmy bardzo długie spilśnione igły siarczanu potasowego. Równocześnie przeprowadzone doświadczenie bez zastosowania koloidu dało nam cały szereg form od ziarnistej aż do iglastej w zależności od wywołanego przez nas przesycenia. Naturalnie nie mogliśmy otrzymać tak znacznego przesunięcia pozytywnego jak w wypadku stosowania koloidu pomimo nawet bardzo gwałtownego chłodzenia roztworu, bo rozpuszczalność ani stromość politermy, ani też okres indukcji dla siarczanu potasowego nie jest znaczna.

Doświadczenia nasze były prowadzone w stanie spoczynku i w ruchu, a oparte są głównie na obserwacji momentu zarodnikowania w zależności od zmian przesycenia przy zachowaniu stałości wszystkich innych parametrów.

Dla krystalizacji prowadzonej w spokoju zmianę przesycenia otrzymywaliśmy stosując tę samą szybkość chłodzenia, a zmieniając tylko koncentrację początkową. Dla doświadczeń prowadzonych w ruchu koncentracje początkowe były te same, a celem uzyskania zmiennej wartości ΔC zmienialiśmy szybkość chłodzenia albo stosowaliśmy dodatek koloidu do roztworu solnego. Korzystając z tego że:

$$f \frac{T^{\circ}C}{(t)} \varphi(\Delta C) = F \frac{y}{(x)}$$

posługujemy się w miejsce przesycenia wyrażonego $m/1000$ mol H_2O, stopniami Celsjusza chłodzonego roztworu na minutę i tę wartość ujmujemy w wykres zależności postaci formy kryształu od przesycenia.

Aparat doświadczalny był bardzo prosty, składał się z naczynia szklanego o pojemności 200 cm^3 ze szkła gładkiego niewykrystalizowanego z kurkiem odpływowym u dołu i wlewem u góry. Celem uniezależnienia się od zmian dyfuzyjnych, zastosowaliśmy gładkie szklane mieszadło ssące o optymalnych obrotach. Naczynie reakcyjne wraz z mieszadłem ujęte jest w płaszcz wodny z ręczną regulacją dopływającej wody chłodzącej. Całość znajduje się w kamerze ze stożkiem świetlnym wpadającym z boku, w którego strudze obserwowaliśmy tworzące się zarodki krystaliczne przy pomocy nastawialnej lunetki.

Jedną z ważnych części doświadczenia było przeprowadzenie takiej regulacji przepływającego medium chłodzącego, aby spadek temperatury w czasie T/t w medium chłodzonym w czasie trwania danego doświadczenia był wielkością stałą. Uzyskaliśmy to na podstawie krzywej Newtonowskiej wyrażającej zależność spadku temperatury roztworu chłodzonego od stosowanej ilości wody chłodzonej w tych samych warunkach doświadczalnych. Odcinając na osi rzędnych szybkość chłodzenia o jaką nam chodzi ($2^{0}/min$) odczytujemy na osi odciętych ilość cm^3 ośrodka chłodzącego jaką musimy przepuścić na minutę przez aparat, aby otrzymać przez cały ciąg doświadczenia stały spadek temperatury. Ilość tej wody z czasem coraz bardziej się zwiększa. Naturalnie były znaczne odchylenia od obliczonej liczby chociażby z powodu ciepła krystalizacji, ale te zostały w czasie próbnego doświadczenia usunięte przez dodatek większej ilości wody chłodzącej, aniżeli wypadało to z przeliczenia teoretycznego.

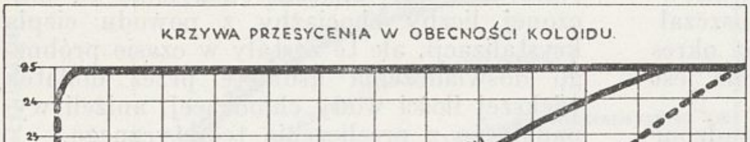
Celem usunięcia innych parametrów, ażeby uzależnić się tylko od przesyceń względnie szybkości chłodzenia i działania koloidu, stosowano ciągle te same warunki doświadczalne. Wpływ ciał trzecich jak pyły został wyeliminowany przez parokrotną filtrację roztworów nasyconych przed każdym doświadczeniem. Zwracaliśmy też bacznie uwagę na to, by się roztwory podczas samego doświadczenia nie zakażały, mając ciągłą kontrolę optyczną nad tą sprawą. Każde doświadczenie było prowadzone parokrotnie i w razie otrzymania wyraźnych odchyleń od wyników poprzednich pozostawało nieuwzględnione, bo wskazywało na zmianę jednego z wielu parametrów stałych. Jak już zaznaczyliśmy poprzednio, cechą charakterystyczną naszych doświadczeń był moment zarodnikowania, które stwierdzaliśmy optycznie w aparacie opisanym. Dalej zmiany przesyceń obliczano z wskazań areometru, a sprawdzano refraktometrycznie. Głębokość przesunięcia pozytywnego obliczało się pod mikroskopem na eksponatach ze średniego stosunku długości do szerokości kryształu. Doświadczenia przeprowadzono na trzech solach: na siarczanie potasowym, azotanie potasowym i siarczanie magnezu. Działanie koloidów a mianowicie soli sodowych sulfokwasów naftowych stosowano tylko do siarczanów, ale tylko przy K_2SO_4 można było stwierdzić jego bardzo silne działanie, ponieważ przy siarczanie magnezu wobec dużej jego koncentracji, wysokiej temperatury i długiego okresu trwania doświadczenia następowało wysalanie się koloidu.

Wpływ koloidu na przesycanie się roztworów solnych był badany w siarczanie potasowym przez dokładne wyznaczenie pola przesycenia S z wykluczeniem ciał obcych i wobec koloidu. Krystalizacja była prowadzona w ruchu w aparacie wyżej opisanym przy zachowaniu stałej szybkości chłodzenia $\frac{\Delta T\,^{0}C}{\Delta t\, min} = \text{Const.}$ Matematycznie pole prze-

sycenia S oblicza się na podstawie przez nas wprowadzonego wzoru i nowej jednostki:

$$S = (T_2 - T_1)\, x \int_{C_0}^{C} dC\,.$$

Pole to wyraża się w stopniomolach siarczanu potasowego na 1000 moli wody. Wartości te ujmuje tablica 1 i wykres (rycina 3).



Rycina 3.
Wpływ koloidu na przesycenie się roztworu siarczanu potasu.
S=pole przesyceń bez koloidu
S'=pole przesyceń w obecności koloidu

TABLICA 1

T	$T^0 C$ / t min.	C_0	C	C	S	y/x	C'	C'	S'	y/x
100	2/1	25,0	25,0	—	650	—	25,0	—	1475	—
89	„	23,5	25,0	1,5	„	1,2:1	25,0	—	—	—
50	„	17,0	21,0	—	„	—	25,0	—	—	—
30	„	13,4	19,0	—	„	—	25,0	—	—	—
15	„	10,4	14,0	—	„	—	25,0	—	—	—
8	„	9,2	11,0	—	„	—	25,0	—	—	—
6	„	8,8	10,0	—	„	—	24,5	15,7	—	—
5	„	8,5	9,5	—	„	—	24,0	—	—	—

T = temperatura w stopniach Celsjusza.

$\frac{\Delta\, t\, min}{\Delta\, T\, {}^0C}$ = szybkość chłodzenia w $^0C/min$.

C_0 = Politerma, krzywa rozpuszczalności kryształów normalnie wykształconych o wielkości większej od 2×10^{-3} cm wyrażona w molach na 1 000 moli H_2O.

C = Krzywa przesycenia uzyskana bez koloidu.

C = Odpowiednie przesycenie w momencie zarodnikowania dla roztworu bez koloidu.

C' = Krzywa przesycenia uzyskana w obecności koloidu.

C' = Odpowiednie przesycenie w momencie zarodnikowania w obecności koloidu.

y/x = Przesunięcie pozytywne w budowie kryształu (liczba niemianowana).

S = Powierzchnia przesycenia wyrażona w stopniomolach K_2SO_4 na 1 000 moli H_2O.

Na naszym wykresie 1 stopniomol = 20 mm^2.

Przy stosowaniu 0,2% roztworów soli sodowej sulfokwasów naftowych do nasyconego roztworu siarczanu potasowego w temperaturze $T_2 = 100^0$ i schładzając go z szybkością $\frac{\Delta T}{\Delta t}$ = Const. = $\frac{2^0}{1\, min}$ aż do temperatury $T_1 = 5^0$ otrzymujemy powierzchnię przesycenia $S = 1475$ stopniomoli siarczanu potasowego.

Przesycenie w momencie zarodnikowania oblicza się:

$$\Delta C' = C' - C = 24{,}5 - 8{,}8 = 15{,}7\ mol\, K_2SO_4/1000\, mol\ H_2O\,.$$

Uzyskanemu w ten sposób przesyceniu odpowiada pozytywność wyrażona cyfrą wzajemnego stosunku osi $y/x = 40:1$. Stosunek ten jest bardzo wysoki, otrzymane kryształy są bardzo długiemi spilśnionymi igłami siarczanu potasowego. Ta sama krystalizacja prowadzona z roztworów czystych bezkoloidalnych daje w momencie zarodnikowania przesycenie w temperaturze około 89⁰, które wynosi zaledwie:

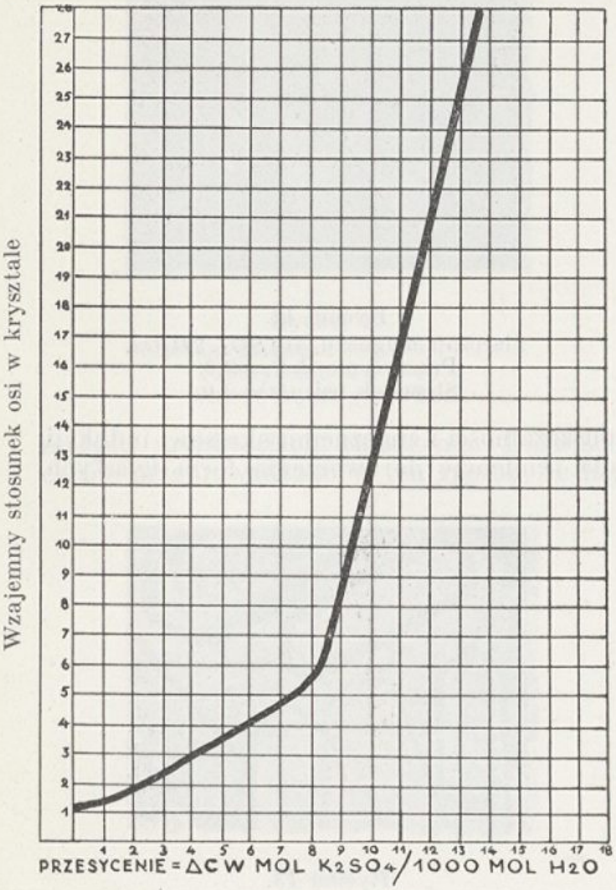
$$\Delta C = C - C_0 = 25 - 23{,}5 = 1{,}5\, mol/1000\, mol\ H_2O\,.$$

Uzyskana powierzchnia przesycenia jest tutaj znacznie mniejsza $S = 630$ stopniomoli. Przesunięcie pozytywne nieznaczne $y/x = 1{,}2:1$. Na podstawie powyższego wykresu stwierdzamy, że koloid przesuwa habitus w kierunku dodatnim, czego nie mogliśmy uzyskać przy stosowaniu szybkości schładzania=2⁰C na minutę, która nie pozwala nawet wyjść ze sfery obojętnej dającej formę ziarnistą. Przez stosowanie silniejszych przesyceń uzyskanych dzięki zwiększeniu szybkości schładzania z wykluczeniem ciał obcych, zdołaliśmy się nietylko wydostać ze sfery obojętnej, ale nawet wejść w pole pozytywne i zbliżyć się do form otrzymanych przy pomocy koloidów, czego dowodem jest tablica 2 i wykres (rycina 4).

TABLICA 2

$T_1 - T_2$	ΔC	y/x	Uwagi
30—18	1,9	1,3:1	bez koloidu
40—18	3,8	3,8:1	„ „
60—30	5,7	6,0:1	„ „
80—40	7,6	8,0:1	„ „
100— 6	15,7	40,0:1	w obec. koloidu (tabl. 1).

W ostatniej rubryce tej tablicy umieściliśmy dla porównania formę iglastą z tablicy 1 otrzymaną dzięki znacznym przesyce-



Rycina 4.
Wpływ przesycenia na wzajemny stosunek osi w kryształach K_2SO_4.

niom uzyskanym przez stosowanie koloidu. Jak widzimy z tablicy powyższej i załączo-



Rycina 5.
Siarczan potasowy.
Przesycenie $\Delta C = 1,0$
Stosunek osi $y/x = 1,3$.

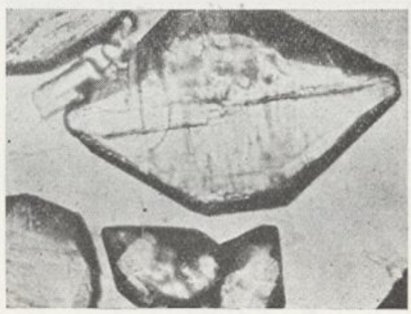
nych fotografji (ryciny 5, 6, 7, 8, 9, 10), występuje ciągłość form dla siarczanu potasowego od ziarnistej do iglastej w zależności od stosowanego przesycenia.

Podobne wyniki otrzymaliśmy bez stosowania ciał obcych i dla siarczanu magnezu



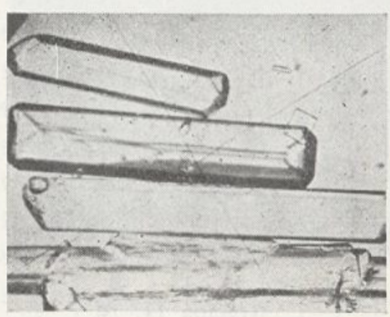
Rycina 6.
Siarczan potasowy.
Przesycenie $\Delta C = 1,9$.
Stosunek osi $y/x = 1,5$.

(fotografje na rycinach 11, 12, 13, 14, 15). W tym wypadku, ażeby nie mieć do czynie-



Rycina 7.
Siarczan potasowy.
Przesycenie $\Delta C = 1,9$.
Stosunek osi $y/x = 1,5$.

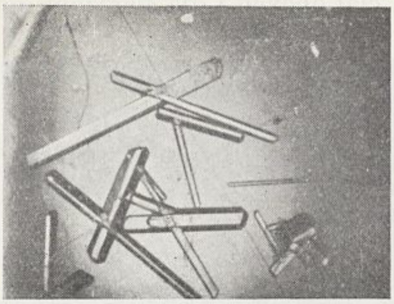
nia z innymi układami i klasami krystalograficznymi, nie wychodziliśmy z interwału



Rycina 8.
Siarczan potasowy.
Przesycenie $\Delta C = 5,7$.
Stosunek osi $y/x = 6,0$.

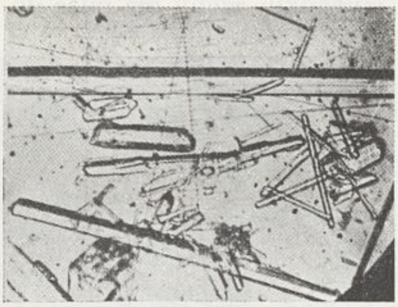
przemian odpowiadającego $MgSO_4—7H_2O\alpha$. Przy tym oparliśmy się na pracach I.

D'A n s a[18]) i L ö w e g o[19]). W wypadku krystalizacji azotanu potasowego prowadziliśmy



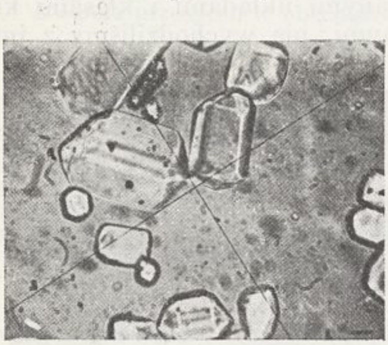
Rycina 9.
Siarczan potasowy.
Przesycenie $\Delta C = 7{,}6$.
Stosunek osi $y/x = 8$.

ją w ruchu operując szybkością schładzania, ponieważ KNO_3 ma tendencję zrastania



Rycina 10.
Siarczan potasowy.
Przesycenie $\Delta C = 10{,}0$.
Wzajemny stosunek $y/x = 25{,}0$.

się i tworzenia zrostów krystalicznych[20]), co utrudnia ogromnie pomiary osi. Poza tym

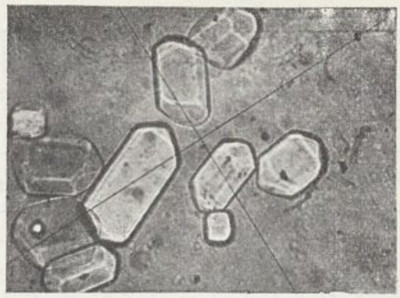


Rycina 11.
Siarczan magnezu $MgSO_4 . 7\,H_2O\alpha$.
Przesycenie $\Delta C = 1{,}5$.
Stosunek osi $= y/x = 1{,}3$.

[18]) J. D'A n s. *Die Lösungsgleichgewichte der Systeme der Salze ozeanischer Salzablagerungen. MgSO₄—H₂O*. Berlin. 1933.

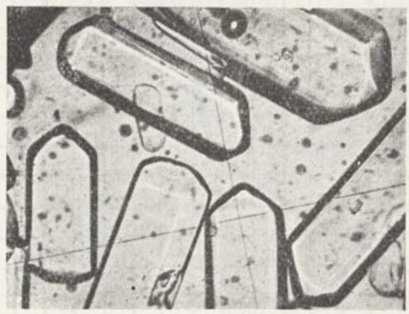
[19]) O s t w a l d. *Verwandschaftslehre* cz. I: Löwes letzte Arbeiten str. 723.

azotan potasu daje ogromne przesycenia dzięki bardzo stromej politermie, silnej roz-



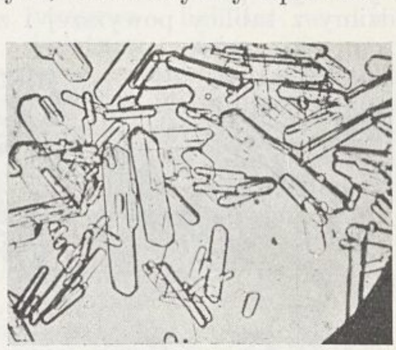
Rycina 12.
Siarczan magnezu $MgSO_4 . 7H_2O\alpha$.
Przesycenie $\Delta C = 3{,}0$.
Stosunek osi $y/x = 2{,}0$.

puszczalności i znacznemu okresowi indukcji, ma tendencję do tworzenia form iglastych.



Rycina 13.
Siarczan magnezu $MgSO_4 . 7H_2O\alpha$.
Przesycenie $\Delta C = 4{,}0$.
Stosunek osi $y/x = 3{,}0$.

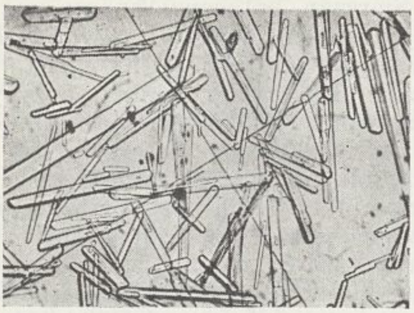
Chcąc otrzymać tutaj formy zbliżone do ziarnistych, musielibyśmy operować bardzo



Rycina 14.
Siarczan magnezu $MgSO_4 . 7H_2O\alpha$.
Przesycenie $\Delta C = 8$.
Stosunek osi $y/x = 9{,}0$.

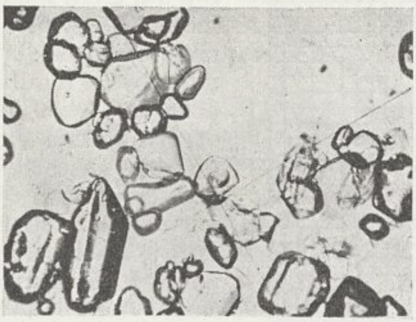
[20]) Można uniknąć zrastania kryształów przez dodatek ciał trzecich w znacznych ilościach np. zauważono to przy azotanie potasowym w roztworze chlorku wapnia.

małymi różnicami temperatur, co najłatwiej udaje się przez krystalizację w ruchu przy



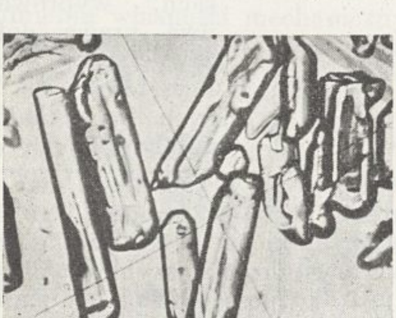
Rycina 15.
Siarczan magnezu $Mg\,SO_4 . 7H_2O\alpha$.
Przesycenie $\Delta\ C = 19{,}0$.
Stosunek osi $y/x = 15{,}0$.

małych szybkościach chłodzenia. Doświadczenie przeprowadzono w ten sposób, że ług



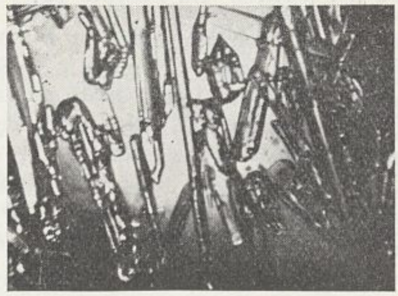
Rycina 16.
Azotan potasowy
Przesycenie $\Delta\ C = 3{,}6$.
Stosunek osi $y/x = 1{,}7$.

o koncentracji odpowiadającej nasyconemu w 40° roztworowi umieściliśmy w opisanym



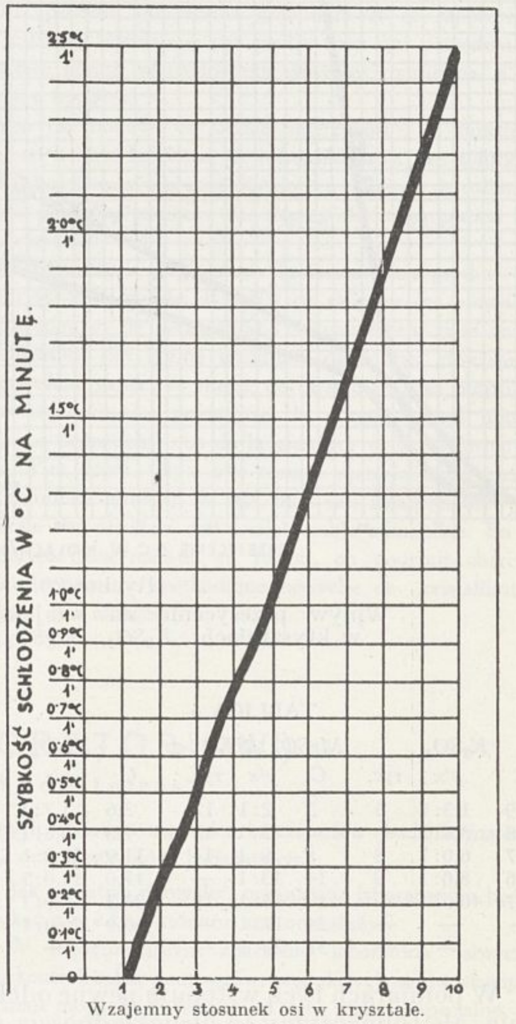
Rycina 17.
Azotan potasowy
Przesycenie $\Delta\ C = 7{,}5$.
Stosunek osi $y/x = 6{,}8$.

aparacie i silnie mieszając poddawaliśmy go rozmaitym szybkościom chłodzenia. Zależnie od chłodzenia otrzymywaliśmy coraz to niższe temperatury zarodnikowania, a co za tym idzie coraz to wyższe przesycenia, które



Rycina 18.
Przesycenie $\Delta\ C = 17{,}0$.
Stosunek osi $y/x = 14{,}0$.

pozwoliły nam przejść od sfery obojętnej do głębokiej sfery pozytywnej (fotografja na rycinach 16, 17 i 18).



Rycina 19.

Wpływ szybkości schładzania na wzajemny stosunek osi w kryształach KNO_3.

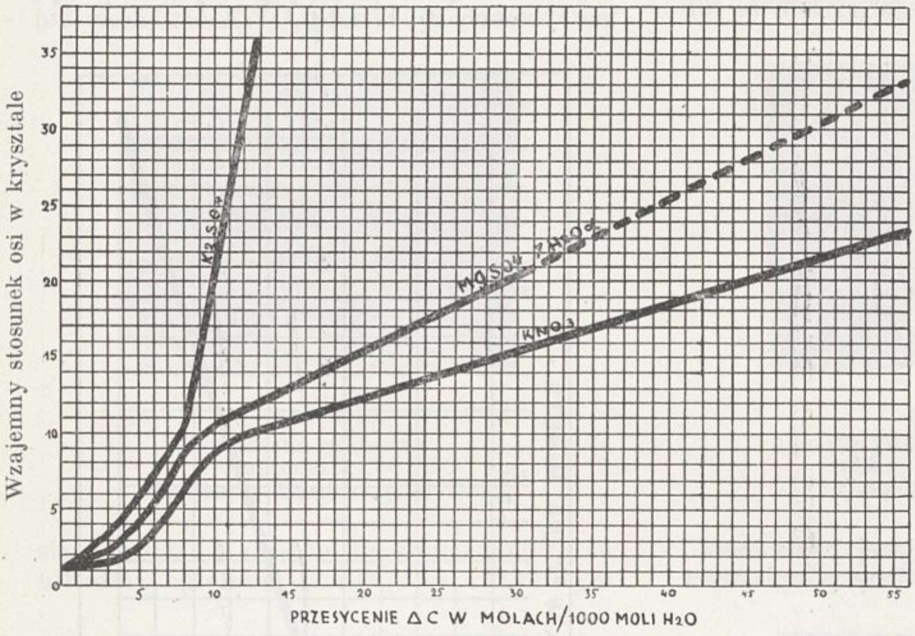
Pomiary szybkości schładzania a z tem związanego przesycenia i ich wpływ na zewnętrzną formę azotanu potasowego ujmuje tablica 3 i wykres na rycinie 19.

TABLICA 3

$T^0 C$ t min.	$T_2 — T_1{}^0 C$	ΔC	y/x
0,1° C 1 min.	40—38,8	3,6	1,7 : 1
1,0° C 1 min.	40—37,0	5,7	5,0 : 1
2,5° C 1 min.	40—34,8	9,4	10,0 : 1

T_2 temperatura nasycenia względem dużych kryształów.
T_1 „ „ „ zarodników.

Ujmujemy wyniki dotychczasowe wpływu przesycenia na wzajemny stosunek osi trzech soli w jeden wykres (rycina 20) i jedną tablicę 4.



Rycina 20.

Wpływ przesycenia na wzajemny stosunek osi w kryształach K_2SO_4, $MgSO_4 . 7H_2O\alpha$, KNO_3.

TABLICA 4

K_2SO_4			$MgSO_4 . 7H_2O . \alpha$			KNO_3		
C	y/x	ryc.	C	y/x	ryc.	C	y/x	ryc.
1,9	1,3:1	5	3	2:1	12	3,6	1,7:1	16
3,8	3,8:1	—	4	3:1	13	7,5	6,8:1	17
5,7	6,0:1	8	8	9:1	14	11,9	10,0:1	—
7,6	8,0:1	9	14	13:1	—	17,0	14,0:1	18
15,7	40,0:1	—	19	15:1	15	34,2	15,0:1	—
—	—	—	24	17:1	—	66,0	26,0:1	—
—	—	—	31	20:1	—	—	—	—

W pomiarach tych wstępują pewne odchylenia, ale tłumaczymy to niedokładnością pomiarów w stosunku osi y/x, którą oblicza się jako średnią z całego szeregu pomiarów dokonywanych pod mikroskopem.

Wybór soli jaki wzięliśmy do doświadczeń był podyktowany tym, że sole te są przedstawicielami dwóch odmiennych form zewnętrznych. Siarczan potasowy znany jest przeważnie w postaci ziarnistej, a $MgSO_4.7H_2O\,\alpha$ stale występował jako forma iglasta ewentualnie w laseczkach (mniej pozytywna). Otrzymywanie więc dla tych soli form odwrotnych, nie wychodząc z interwału tej samej odmiany soli, przez stosowanie czysto fizycznego czynnika jakim jest przesycenie, jest najlepszym potwierdzeniem naszej zasady. Azotan potasowy dostarcza znów dowodu, że i zmiana składu chemicznego nie wyklucza naszego twierdzenia o zewnętrznych formach krystalicznych. Hipotezę naszą możemy więc uogólnić do wszystkich soli z wykluczeniem układów regularnych nieposiadających zdolności barwienia się w świetle skrzyżowanych nicoli. Chociaż na podstawie prac dokonanych przez S p a n g e n b e r g a [21]) można byłoby też uogólnić zasadę tę do układów regularnych, ponieważ zdołał on otrzymać sól kuchenną pod postacią formy pozytywnej, my w swoich pracach spotykaliśmy się również z podobnymi formami w odniesieniu do układów regularnych, uważamy je jednak za krystality.

Na podstawie przeprowadzonych doświadczeń i obserwacji przebiegu krzywych na otrzymanych wykresach, wyprowadzamy dwa prawa dotyczące zewnętrznej budowy kryształów, nie należących do układów regularnych:

1) Na postać kryształów ma przede wszystkim wpływ przesycenie jego roztworu. Inne czynniki jak obecność ciał trzecich, szybkość krystalizacji, szybkość chłodzenia wpływają tylko pośrednio na wzajemny stosunek osi y/x w krysztale przez zmianę przesycenia roztworu w momencie krystalizacji. W miarę wzrostu przesycenia wzrasta pozytywność formy od ziarnistej do iglastej, przy czym ilościowy jego wpływ na wzajemny stosunek osi y/x wyraża się krzywą wyż-

[21]) K. S p a n g e n b e r g. Z. anorg. Chem. **39**, 304, (1926).

szego rzędu a charakterystyczną dla danego ciała:

$$y/x = k \, . \, \Delta C^n$$

y/x = zmiana formy zewnętrznej wyrażona wzajemnym stosunkiem osi geometrycznych.

k=współczynnik proporcjonalności zależny od warunków krystalizacyjnych przede wszystkim od dyfuzji.

ΔC = przesycenie roztworu w momencie zarodnikowania w molach soli na 1000 *mol* H_2O.

n jest to wartość większa od jedności, która jest zależna od składu chemicznego ciała i jego przynależności do danego układu krystalograficznego.

2) Sole znacznie rozpuszczalne i posiadające politermy strome i długi okres indukcji t. zn. przynależące do Fiszerowskiego typu β i γ mają tendencję do tworzenia form silnie pozytywnych albo negatywnych (igieł albo blaszek). O ile zaś mają własności przeciwne najłatwiej tworzą formę obojętną. Zjawisko to może mieć wielostronne zastosowanie.

Jak już na początku pracy zaznaczyliśmy, prawa te mogą mieć znaczenie dla problemów opanowanej krystalizacji wodnych roztworów solnych. Gdyby, zaczem wiele przemawia, można było tę teorję zastosować do stopów, to odegrałaby ona rolę poważną. Dotychczas w metalurgji szybkość chłodzenia fazy stałej jest jednym z czynników decydujących o chemicznej strukturze stopów i obok innych parametrów wywiera też wpływ na grubość wtórnego jej ziarna. Teraz wolno nam przypuścić, że szybkość krzepnięcia odlewów albo też stosowanie ciał trzecich zmienić może nietylko grubość ziarna, ale też i wzajemny stosunek jego osi co niewątpliwie musi mieć znaczenie przy uwzględnieniu własności mechanicznych metali. Poza tym można by było opracować metodę badania budowy kryształów opierając ją na przez nas przytoczonym wzorze ujmującym ilościowo nasze pierwsze prawo o postaci kryształów.

W pracy tej poczuwam się do miłego obowiązku podziękowania Panu profesorowi Dr Inż. Tadeuszowi Kuczyńskiemu, który dostarczył mi materiału do opracowania teorji krystalizacji i zawsze służył mi swoją światłą radą. Jak również Panu adjunktowi Dr Inż. Tadeuszowi Piechowiczowi, który pomagał mi w wyszukiwaniu odpowiedniej literatury.

RÉSUMÉ.

L'un des problèmes fondamentaux de la cristallisation c'est d'obtenir des cristaux de grandeur et de forme définies. La relation des axes du cristal décide de l'aspect lamello-granulaire ou bien aciculaire des individus cristallins, que nous donne la cristallisation.

Par extension du principe de Cabé on peut conclure, qu'il est possible de modifier l'aspect des cristaux en variant la sursaturation des solutions salines. Ainsi, lors de l'accroissement de la sursaturation, les cristaux de caractère positif perdent leur forme granulaire et se rapprochent des cristaux aciculaires; par contre ceux qui possédent un caractère négatif se comportent dans ces conditions d'une manière opposée.

Afin de modifier le facteur intéressant — la sursaturation, on a varié la vitesse de refroidissement des solutions; on a procédé aussi à la cristallisation en présence de colloïdes, ce qui permet d'atteindre des degrés de sursaturation très importants.

L'importance pratique de la forme d'un produit cristallin est très grande. Il suffit de rappeler les propriétés de filtration et de décantation, l'enrichissement basé sur la classification des grains cristallins de formes diverses et de grandeur variée, la vitesse de dissolution, les propriétés hygroscopiques, les poids-litre, la pureté du sel obtenu etc., qui dépendent tous de la grandeur et de la forme du grain d'un dépôt. On a pris comme matériel expérimental des solutions aqueuses de sels, mais une interprétation plus générale des résultats des essais semble admissible. En les rapportant aux métaux en fusion, on pourrait chercher à développer une méthodique nouvelle de ,,cristallisation dirigée" des alliages.

Inż. Jerzy Pfanhauser.

ORGANIZACJA LABORATORIÓW[1]).

L'organisation des laboratoires.

Ażeby uniknąć niejasności, zaznaczam, że będę dziś mówił o organizacji laboratorjów chemicznych w przemyśle, abstrahując od innych typów jak np. laboratoria dydaktyczne na wyższych uczelniach lub w szkołach zawodowych.

Również laboratoria naukowe, służące celom ścisłej chemii nie mogą być tutaj uwzględnione. Z konieczności będę jednak musiał wspomnieć o organizacji pewnych typów laboratoriów doświadczalnych państwowych czy społecznych, pracujących dla przemysłu, a wiążących w sobie cechy znanych oddawna zagranicą laboratoriów badania materiałów, oraz instytutów badawczych.

Jak się łatwo domyśleć, organizacja laboratorium będzie wynikać z celu, któremu ma ono służyć.

W najogólniejszym znaczeniu laboratoria fabryczne służą kontroli zakupu surowców, produkcji i kosztów własnych. Pozatem mogą mieć jeszcze na celu zadania specjalne, jak np. ulepszanie lub opracowywanie nowych metod produkcji itp.

Niezależnie jednak od przeznaczenia, organizacja pracy w laboratorjach fabrycznych zawsze sprowadzać się będzie

[1]) Referat wygłoszony w r. 1936 w Inst. Nauk. Org. na specjalnym kursie dla chemików.

do ustalenia optymalnych, a więc najkorzystniejszych warunków pracy.

Ustalenie tych najkorzystniejszych warunków pracy nie jest łatwe, ani proste, gdyż nie da się ująć w jakiś schemat czy formułkę, wymaga sumiennej analizy różnych czynników (jak np. rodzaj i ilość analiz, czas i dokładność wykonania, dobór personelu, koszt), jednym słowem nastręcza kierownikowi laboratorium nielada trudności do pokonania. Z pomiędzy wielu czynników, które należy odpowiednio rozważyć przy organizacji pracy w laboratoriach przemysłowych, są jednak dwa takie, które w każdym wypadku muszą być uznane za bodaj najważniejsze; są nimi: 1) czas i 2) personel.

Sprawnie pracujące laboratorium będzie takie, które w wymaganych przebiegiem fabrykacji terminach potrafi wykonać prawidłowo, przewidzianą ilość analiz kontrolnych zatrudniając do tego celu jaknajmniejszą ilość odpowiednio wyszkolonych pracowników. Wszystkie dalsze nasze rozważania będą więc zmierzały z jednej strony do skrócenia czasu wykonania analizy, z drugiej—do doboru personelu, dającego gwarancję solidnej i sprawnej pracy.

Wymogiem dyrekcji każdej fabryki jest synchronizacja pracy laboratorium fabrycznego z ruchem fabryki. Jest to więc punktem wyjścia dla organizującego laboratorium. Musi on pamiętać, że najdokładniejsza analiza surowca lub półfabrykatu, dostarczona wówczas, gdy znajdują się one już w dalszym stadium przeróbki, posiada dla kierownika ruchu conajmniej problematyczną wartość.

Musi mieć również na uwadze, że laboratorium chemiczne nie tylko spełnia kontrolę fabrykacji, lecz ma w ostatecznym celu za zadanie ulepszenie produkcji i zmniejszenie kosztów własnych—jest więc do pewnego stopnia mózgiem fabryki. Stąd wynika zasada, że laboratorium fabryczne powinno być wyodrębnione w jednostkę autonomiczną, podlegającą bezpośrednio dyrekcji technicznej, a nie któremuś z kierowników ruchu.

Dostosowanie pracy laboratorjum do ruchu fabrycznego opiera się na:

I. Doborze odpowiednich metod analitycznych.
II. Wyekwipowaniu i racjonalnem urządzeniu wnętrz.
III. Tayloryzacji pracy analitycznej.
IV. Doborze i szkoleniu personelu.
V. Kontroli.

Przyjrzyjmy się nieco dokładniej tym pięciu zasadniczym warunkom organizacji laboratoriów fabrycznych.

I. Dobór odpowiednich metod analitycznych.

Kontrola fabrykacji wymaga zazwyczaj częstego, periodycznego wykonywania analiz pewnego określonego typu. Są to analizy o charakterze masowym, na których wykonanie dysponuje się zwykle krótkim czasem. Często nie zależy nawet na większej dokładności. Z tego względu kierownik laboratorium musi wybierać metody proste, nieskomplikowane, ażeby wyeliminować błędy subjektywne. Szczególniej polecenia są godne takie metody pracy, w których większość czynności wykonują aparaty.

Tym się tłumaczy, że już od kilkudziesięciu lat przemysł stosuje tylko wyjątkowo metody wagowe, zastępując je metodami analizy objętościowej, kolorymetrycznej, elektrometrycznej, a w ostatnich latach metodami analizy fotometrycznej, polarograficznej i spektrograficznej.

Przy doborze metod, o ile nie są one zgóry narzucone obowiązującymi dane przedsiębiorstwo metodami konwencjonalnymi, doskonałe usługi może oddać chronometraż (o czym jeszcze poniżej), przy pomocy którego można dokładnie zdać sobie sprawę ile czasu w danej metodzie zajmują czynności „samoczynne" (gotowanie, odparowywanie, suszenie itp.), na które zręczność wykonawcy ma bardzo niewielki wpływ.

II. Wyekwipowanie i racjonalizacja urządzeń i wnętrz.

Jest to temat tak obszerny, że mógłby zająć parę godzin wykładu. Z konieczności jestem więc zmuszony omówić go pobieżnie, a zainteresowanych skierować do dzieł Alfreda Behre i Polsona[2], które przy urządzaniu laboratoriów niewątpliwie mogą oddać usługi.

A. Rozplanowanie pomieszczeń. Do wykonywania bieżących prac powinna być przeznaczona jedna wielka sala (wyjątkowo może być ich kilka), zaopatrzona we wszelkie potrzebne instalacje (prąd, woda, gaz, para, sprężone powietrze itp.), wyciągi, wentylację itd. Natomiast mniejsze pomieszczenia przyległe mogą być przeznaczone: dla kierownika, na pokój wagowy, pokój do elektrolizy, do analizy objętościowej, na przechowywanie próbek i magazyn podręczny, zaś w dalszym planie na pomieszczenie do siarkowodorowania, zmywalnię lub inne specjalne, jak chłodnia, ciemnia itp.

B. Racjonalizacja aparatury i szkła. Zagadnienie to w ostatnim dziesiątku lat stało się dość palące. Powstała konieczność poddania krytycznej ocenie ukazujących się na rynku coraz to nowych typów aparatów i szkła ze względu na ich użyteczność i celowość. Potworzono komitety normalizacyjne, Dechema (*Deutsche Gesellschaft fur chemisches Apparatewesen*) DIN (*Deutsche Industrie Normen*), Achema (*Austellung chemischer Apparatur*). Aktualne stało się zagadnienie normalizacji i standaryzacji.

Laboratoria analityczne zyskały na tym przede wszystkim szlif normalny, który pozwala na wymianę części stłuczonych, bez potrzeby kupowania całego aparatu, normalizację szkła miarowego, ujednostajnienie typów szkła, ograniczenie wielu rodzai aparatów, służących temu samemu celowi do jednego lub paru tylko typów, usuwanie zbędnych aparatów, normalizację wielu metod analitycznych, pobierania średniej próbki i przygotowania jej do analizy i w.i.

Normalizacja aparatury i szkła jest wielkim dobrodziejstwem dla laboratoriów, nietylko potania i upraszcza pracę, ale zaoszczędza nerwów w czasie pracy.

Jak bardzo paląca była ta sprawa świadczy fakt, że kiedy w związku z *Exposition de la Chimie* w Paryżu w r. 1934 przystąpiono do omawiania tego tematu, to się okazało np. że istnieje 59 różnych typów kaliaparatów, 23 różnych płuczek, 32 różnych chłodnic, 92 różnych aparatów do ekstrakcji i 119 różnych aparatów Kippa. Proszę sobie przypomnieć trudności i nieprzyjemności, spowodowane brakiem wzajemnego dopasowania szkła laboratoryjnego, z czem każdy chemik się spotykał. Zalety normalizacji są zresztą obustronne, zarówno dla wytwórcy jak odbiorcy. Czeska firma *Kavalier* utrzymywała przed normalizacją 950 różnych form, które dzięki normalizacji zredukowała do 265.

---

[2]) Alfred Behre, *Chemische Laboratorien*, Lipsk, 1928. L. M. Polson, *Zawodskie himiczeskie łaboratorii*, Moskwa, 1937.

Nie należy także zapominać, jak bardzo upraszcza się i tanieje dzięki normalizacji zakup i utrzymanie magazynu.

Często sprawa racjonalizacji aparatury w laboratoriach fabrycznych bywa rozmyślnie bagatelizowana, wynika to z konserwatyzmu i zacofania, cech, niestety, charakterystycznych dla wielu naszych zakładów przemysłowych. Wynika to poczęści z tego, że laborant przyuczony i doskonale opanowujący jakąś metodę, lęka się zmienić ją na inną, choćby nawet prostszą i szybszą. To jednak niczym nie usprawiedliwia kierownictwa laboratorium. Istnieją całe działy chemji analitycznej (jak potencjometrja, fotometrja, elektroanaliza itd.) traktowane przez pracownie fabryczne z pełnym obskurantyzmu niedowierzaniem. Jako przykład podam, że do ostatnich czasów laboratoria hut żelaznych nie chciały się przekonać do świetnej metody oznaczania siarki w stalach na drodze termicznej w piecu Marsa, mimo, iż metoda ta daje większą dokładność, wymaga znacznie krótszego czasu i jest tańsza. To samo jest dzisiaj z nowoczesną aparaturą Holthausa i Seuthego do równoczesnego oznaczania *C* i *S* w stali z jednej naważki. Czas wykonania obydwu oznaczeń wynosi 10—12 minut. Aparatury tej nie stosują nigdzie w hutach polskich. Co ciekawsze, w Rzeszy Niemieckiej, skąd aparat pochodzi, nieliczne tylko huty na nim pracują. A jednak na tym właśnie aparacie pracujemy od roku w Dziale Analitycznym Ch. I. B., otrzymując doskonałe wyniki.

W tym miejscu wspomnę również o sprawie bezpieczeństwa pracy. Zagadnienie to, jak wiadomo, pierwszorzędnego znaczenia dla przemysłu górniczo-hutniczego, nie mniej ważne jest również dla przemysłu chemicznego. Do sprawy tej nie należy podchodzić z przesłanek humanitarnych, lecz kalkulacyjnych. Jest rzeczą stwierdzoną, że wydajność pracy w fabrykach, w których wprowadzono odpowiednie środki zabezpieczające, wzrosła o kilkanaście, a nawet kilkadziesiąt procent — przy tym samym personelu. W pracowniach chemicznych nie można się ograniczyć li tylko do apteczek podręcznych i gaśnic. Z zagadnieniem tym wiąże się także odpowiednia wentylacja sal, stosowanie w pewnych wypadkach masek do stężonych kwasów, alkaliów i masek pyłochłonnych.

Konieczne są jeszcze odpowiednie tabliczki z instrukcjami, które winny być respektowane pod rygorem karnym.

Instytut Spraw Społecznych przystąpił w ostatnich czasach wraz z Okręgiem Warszawskim Zw. Inż. Chem. RP. do opracowania t. zw. „kart bezpieczeństwa" dla laboratoriów chemicznych, które są podzielone wedle pewnych zasad na grupy. Karty te, omawiające takie zagadnienia, jak: czystość powietrza, dygestoria, niebezpieczne materiały i odczynniki, gaz świetlny i CO, sole amonowe, As_2O_3, AsH_3, Cl i Br, cyjanki, eter, stały CO_2, P, HNO_3 i N_2O_4, HCl, H_2SO_4, Hg, Na, H_2S, $NaOH$, autoklawy i aparaty ciśnieniowe, butle z gazami sprężonymi, palnik gazowy i inne—powinny bezwzględnie być znane każdemu kierownikowi laboratorium chemicznego.

Mówiąc o urządzaniu wnętrz należy jeszcze wspomnieć o magazynie. Sprawa magazynu nie jest prosta. Zasadniczo magazyn musi się dzielić na parę oddzielnych ubikacyj. W oddzielnym składzie należy przechowywać kwasy mineralne stężone, przy czym musi być w nim przewidziana dobra wentylacja, podłoga betonowa ze ściekiem itp.

W osobnym składzie będzie się przechowywać chemikalia i szkło, a w końcu w osobnym pomieszczeniu urządzić należy przechowywanie próbek analizowanych. Należy podkreślić konieczność jaknajbardziej skrupulatnej segregacji i numeracji przeanalizowanych próbek.

Powinny one być przechowywane conajmniej przez ½ roku. Nadzór nad próbkami powinien mieć odpowiedzialny chemik, względnie starszy, wypróbowany laborant.

Również ważne są urządzenia do przygotowywania prób do analizy: tokarki, wiertarki, heblarki możliwie ręczne lub pneumatyczne do metali, młyny kulowe i tarczowe z sitami do węgli i tp. powinny być utrzymywane w największej czystości i porządku i mają się zawsze znajdować w stanie gotowym do natychmiastowego użytku.

III. Tayloryzacja pracy analitycznej.

Pod słowem „tayloryzacja" rozumiemy podział czynności złożonej na ruchy elementarne, z uwzględnieniem ich racjonalnego doboru i wykonania. Zasada Taylora, pomyślana dla wielkich warsztatów mechanicznych, daje się z powodzeniem zastosować w laboratoriach, w których stale trzeba wykonywać duże ilości analiz jednego tylko typu. W laboratoriach takich udaje się prowadzić pracę seryjną w ten sposób, że przebieg danego oznaczenia dzieli się na szereg czynności prostych, które wykonywane są przez poszczególnych pracowników. Podział na czynności proste nie przedstawia większych trudności, gdyż w każdej analizie chemicznej powtarzają się pewne zasadnicze roboty, jak: ważenie, pipetowanie, gotowanie, odparowanie, suszenie, prażenie, filtrowanie itp. Przy tayloryzacji pracy analitycznej wielkie usługi oddaje nam chronometraż. Jeżeli będziemy dokładnie notować czas potrzebny do wykonania poszczególnych czynności, to się okaże, że najwięcej czasu zabierają czynności „samoczynne", czyli takie, które nie zależą od zręczności pracownika—jak odparowanie, rozpuszczanie, strącanie, suszenie, prażenie, gotowanie, chłodzenie, natomiast znacznie mniej czasu zużywa się naogół na drugą grupę czynności, które przez chronometraż można skrócić, a więc—ważenie, wsypywanie, dopełnianie, rozcieranie, pipetowanie itp. Jak z powyższego wynika, cały wysiłek winien iść w kierunku usprawnienia aparatury i urządzeń technicznych.

Szczególną uwagę należałoby przy tym zwrócić na czynność odparowywania, gdyż pochłania ona najwięcej czasu. Chodziłoby o wynalezienie takich urządzeń, któreby wydatnie przyśpieszały tę czynność, a przy tym zabezpieczały próbki przed przegrzewaniem i wypryskiwaniem.

Przykładem takiej tayloryzacji pracy jest laboratorium fabryczne T. E. S. P. w Kałuszu[3]), którego kierownik rozpatrując chronometraż czynności serii o rozmaitej liczbie analiz i uwzględniając dwa rodzaje czynności: pierwsze—których czas nie zależy od wielkości serii (jak gotowanie, chłodzenie, odparowywanie) i drugie—których czas jest wprost proporcjonalny do ilości oznaczeń w serii (np. ważenie, zapisywanie, wsypywanie itd.) wyznaczył zależność czasu wykonania analizy od wielkości serii wzorem matematycznym:

$$T_x = (x - 1)^a + T_1$$

gdzie:

---

[3]) Przemysł chem. **15**, 94 (1931).

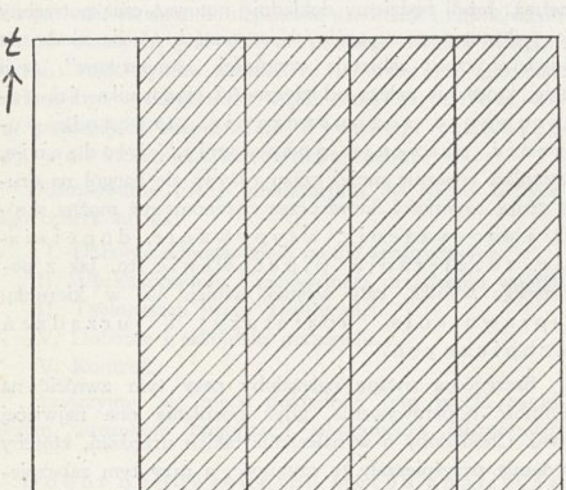
T_x—czas analizy serii złożonej z x próbek,
x —ilość próbek w serii,
a —stała charakterystyczna,
T_1—czas analizy jednej próbki.

Powyższy wzór pozwala obliczyć z jednej strony maksymalną zdolność analityczną laboratorium w pewnym czasie,

TABLICA 1.

Średni czas potrzebny do oznaczenia w stali.

	Określenie	C				P				Mn				Ma				Si			
	Metoda	objętość				molibden.				nadsiarcz.				Volharda				wagowa			
	Czynności	D	R	S	Σ	D	R	S	Σ	D	R	S	Σ	D	R	S	Σ	D	R	S	Σ
		sekundy				sekundy				sekundy				sekundy				sekundy			
1	Dostarczenie próbki . .	14	7	—	21	5	2	—	7	5	2	—	7	4	2	—	6	10	3	—	13
2	Naważki	16	82	—	98	6	71	—	77	7	29	—	36	7	38	—	45	10	52	—	62
3	Przebieg analizy . . .	8	121	—	129	43	196	2478	2717	13	9	353	375	47	25	2372	2444	36	313	5853	6202
4	Pomiary (mianowanie, kolorymetrowanie itd.) .	—	9	—	9	3	87	—	90	2	13	—	15	—	120	—	120	13	48	—	61
5	Obliczanie	2	16	—	18	2	7	—	9	—	8	—	8	1	41	—	42	—	6	—	6
6	Oddanie analizy . . .	16	76	—	92	6	65	—	71	4	6	—	10	4	6	—	10	7	10	—	17
	Suma dróg	56	—	—	—	65	—	—	—	31	—	—	—	63	—	—	—	76	—	—	—
	„ rękoczynów . . .	—	311	—	—	—	428	—	—	—	67	—	—	—	232	—	—	—	432	—	—
	„ przeb. samocz. . .	—	—	—	—	—	—	2478	—	—	—	353	—	—	—	2372	—	—	—	5853	—
	Całkowity czas	—	—	—	367	—	—	—	2971	—	—	—	451	—	—	—	2667	—	—	—	6361



Rycina 1.

znając jego a i T_1—z drugiej strony podaje wielkość współczynnika a, charakteryzującego sprawność laboratorium. Tak np. dla omawianego laboratorium w Kałuszu stała charakterystyczna a wynosiła przed usprawnieniem 16, zaś po usprawnieniu 8.

Naogół jednak stosunkowo rzadko udaje się z pożytkiem przeprowadzić tak dalece posuniętą tayloryzację pracy. Tym bardziej, iż nie można zamilczeć, że ten usprawniony system pracy ukrywa w sobie jeden poważny błąd: niszczy prawie zupełnie konieczną dla ruchowego laboratorium elastyczność: nieprzewidziany wypadek w toku pracy na jakimś odcinku jest zaraz odczuwany na wszystkich pozostałych.

Taki system pracy przedstawia skomplikowaną, sztywną maszynerię, w której rozluźnienie jednej nawet śrubki grozi zatrzymaniem całego biegu. Częściej zdarza się tak, że analiza surowca lub produktu gotowego wymaga szeregu oznaczeń, które mają być w tych samych lub różnych terminach oddane. W wypadkach gdy takich analiz bywa dużo, wprowadza się pracę seryjną, dzieląc analizy na poszczególne oznaczenia interpersonalnie.

Tak się dzieje np. we wszystkich niemal laboratoriach hutniczych, nawet takich, które wykonują po kilka i kilkanaście tysięcy oznaczeń ilościowych miesięcznie.

A więc analizy stali zwykłych i stopowych dzieli się np. na następujące grupy oznaczeń: 1) *C* i *Mn*—2) *Ni* i *Co*—3) *Si*, *W* i *P*—4) *Cr*, *V*, *Mo*—5) wszystkie naważki itd. a to według następujących zasad. Przydzielamy do jednej grupy albo takie pierwiastki, których oznaczenie można wykonać z tej samej naważki (np. *Si* i *W*), albo takie, przy oznaczaniu których można skoordynować poszczególne czynności (*Cr*, *V*, *Mo*), albo wreszcie takie, z pośród których oznaczenie jednego jest proste i szybkie (np. *Mn* w stalach zwykłych i poniżej 4%). Zdarza się również, że utworzenie grupy spowodowane jest pojawieniem się nowego typu jakiegoś aparatu (np. aparatu H o l t h a u s—S e u t h e do równoczesnego oznaczania *C* i *S* w stalach).

Do wykonywania oznaczeń poszczególnych grup wyznacza się jednego lub więcej pracowników, jednakże za całość analizy odpowiedzialny jest przed kierownictwem jeden tylko chemik, który pilnuje także terminu wykonania.

Zasadniczo jednak powinno się dla wszystkich analiz seryjnych, przeprowadzanych masowo, dokonywać systematycznych pomiarów chronometrażu—dają one niezbity dowód sprawności pracy. Powinno się przy tym notować średni czas potrzebny do wykonania czynności elementarnych. Te ostatnie należy dzielić na trzy grupy: I. Czynności przebiegające samoczynnie (S).—II. Rękoczyny (R)—III. Odbyte drogi (D).

Przykład taki przedstawia nam tablica 1.

Sumaryczne wartości czasu zużytego na czynności D, R i S (tablica 1) przeniesione na wykres (rycina 1, str. 292) wykazuj jasno, że drogi i rękoczyny przy analizach odgrywają rolę drugorzędną (z niewielkimi wyjątkami), oraz że przyśpie- szenie toku pracy da się osiągnąć przez skrócenie czynności samoczynnych, przy czym w pierwszym rzędzie należy mieć na uwadze czynności odparowania i naważania, jako te, które naogółn ajwięcej czasu zabierają.

Poniżej podaję jeszcze przykład szczegółowego studium czasu dla objętościowego oznaczania C w stali (tablica 2):

Tego rodzaju studia czasu dają bardzo obfity i cenny materiał. Pozwalają zorjentować się dokładnie w maksymalnej wydajności aparatu oraz jego sprawności, dają wyraźne wytyczne do usunięcia względnie skrócenia zbędnych ruchów, wyznaczenia normy czasu dla danego oznaczenia itd.

I tak w połączeniu z wprowadzeniem pracy seryjnej uzyskano w jednym z laboratoriów analizy metali następujące rezultaty:

TABLICA 2.

	Najkrótszy czas	Najdłuższy czas	Średni czas
	sekundy		
1. Odbiór próbki do analizy .	15	26	21
2. Droga do wagi	10	26	16
3. Odważenie próbki, wsypanie do łódeczki i posypanie PbO_2	50	110	82
4. Droga od aparatu do wagi i odniesienie naładowanej łódeczki	13	10	6
5. Droga do aparatu	2	3	2
6. Wprowadzenie łódeczki do rury do spalań	3	8	5
7. Spalenie wiórków	50	166	105
8. Wyjęcie łódeczki po spaleniu	3	55	11
9. Absorbcja w ługu i odczytanie kontrakcji	5	13	9
10. Droga do stołu	1	3	2
11. Obliczenie wyniku	3	11	6
12. Wpisanie rezultatu na blankiet	53	92	76
13. Oddanie wyniku	11	21	16
	209	544	357

Z powyższego wynika, że czas jednostkowy przy pracy seryjnej skraca się cztero- do pięciokrotnie.

Jak stwierdza praktyka, najwygodniejsza z różnych względów ilość próbek w serji jest ośm próbek.

Z tablicy 1 i wykresu 1, wynika, że istnieją trzy zasadnicze grupy, na które można posegregować wszystkie czynności elementarne, związane z wykonaniem analizy chemicznej. Czynności tych jest naogół dużo i są różnego rodzaju. Każdą z nich watro jednak zbadać z punktu widzenia usprawnienia pracy i ułatwienia kontroli wyników. I tak dla przykładu:

Naogół będzie w każdej pracowni korzystniej, ażeby wszystkie naważki wykonywał jeden pracownik, niż żeby każdy miał dla siebie odważać. Również z punktu widzenia kontroli, będzie racjonalniej, ażeby w laboratorium analizy metali, próbki doręczał laborantom ten pracownik, który je przygotowuje do analizy w specjalnym warsztacie przez wiórkowanie, toczenie, heblowanie, miażdżenie i rozcieranie. W wypadkach, gdy terminy są krótkie, laborant winien potwierdzić w specjalnej książce datę i godzinę odbioru próbki. Także na blankiecie z wynikiem zaznacza się dokładnie w godzinach i minutach czas oddania.

TABLICA 3.

Czas w godzinach (*h*) wykonania analiz pojedyńczych i seryjnych.

Lp	Materiał	Czas jednostkowy *h*	Czas jednostkowy dla serji z 5 próbek *h*	Czas jednostkowy dla serji z 10 próbek *h*
1	Stal zwykła (*C, S, P, Mn, Si*)	16—20	5—6	4—5
2	Stal stopowa (*C, S, P, Mn, Si, As, Mo, V, Sn, Cu, Al, Co, Ni, W*)	20—50	6—17	4—12
3	Stopy aluminium (*Si, Pb, Mn, Fe, Mg, Ni*)	20—30	6—10	4—6
4	Mosiądze	7—10	2,5—3	2—2,5
5	Bronzy (*Cu, Pb, Zn, Fe, Al, Mn, Ni*)	10—14	3—5	2,5—3,5
6	Stop łożyskowy	12—16	4—5,5	3—4

Również w sposobie obliczania często można wprowadzić uproszczenie, posiłkując się odpowiednio wykreślonymi nomogramami, cechowanymi krzywemi itp. Nadzwyczajnie skracają czas wypisywania analizy celowo opracowane blankiety drukowane.

Usprawnienie i dobra wydajność pracy będzie zależeć jeszcze od:

1) gromadzenia w miejscach wykonywania danego oznaczenia wszystkich potrzebnych przyrządów, odczynników, szkła, naczyń itp. i usuwania niepotrzebnych,

2) zaprowadzenia systemu częstego i szybkiego usuwania zużytego szkła, oraz sprawnego dostarczania czystego i wysuszonego—co nadzwyczajnie zaoszczędza czasu i nerwów na szukanie potrzebnego szkła,

3) utrzymywanie nieodzownych zapasowych części w magazynie. Odpowiednie zaopatrzenie magazynu, częsta kontrola zapasów i jego racjonalna inwentaryzacja posiada pierwszorzędne znaczenie dla kierownictwa.

IV. Dobór i szkolenie personelu.

Jak wspomniałem już na wstępie, przywiązuję do te sprawy szczególną wagę.

Wszak najbardziej nowocześnie urządzone laboratorium doskonale wyekwipowane nie spełni swego zadania, bez od-

powiednich ludzi. Dobór pracowników jest tym trudniejszy, że nie wystarczą w danym wypadku umiejętności fachowe i rutyna, bez uwzględnienia cech charakterologicznych i pewnych zdolności zawodowych. Wiemy jak zasadniczo odmiennymi typami są chemicy pracujący w ruchu lub laboratorium. Praktyka zawodowa wymaga od każdego z nich zasadniczo odmiennych cech charakteru, usposobienia i uzdolnień. Chemik—ruchowiec powinien odznaczać się poczuciem odpowiedzialności i sprawiedliwości, posiadać pewność siebie i opanowanie, szybkość decyzji i orjentacji, spostrzegawczość, takt w postępowaniu, zdolności organizacyjne no i odpowiednią aparycję.

Cechy te zapewnią mu konieczny dla ruchowca autorytet wśród robotników i pozwolą na racjonalne i sprężyste prowadzenie przedsiębiorstwa.

Diametralnie odmienne są wymagania stawiane chemikom analitykom; w danym wypadku kwestja aparycji, pewności siebie, zdolności panowania nad tłumem jest drugorzędna, a raczej bez znaczenia, gdyż rodzaj pracy analityka czyni go odpowiedzialnym tylko za własne czynności. Cechy pożądane, a nawet niezbędne dla dobrego analityka są: cierpliwość, dokładność, systematyczność, zamiłowanie do porządku i czystości, precyzja wykonania, staranność, sumienność, pamięć, spostrzegawczość i poczucie miary dokładności analitycznej. Chemik laboratoryjny będzie się odznaczać raczej usposobieniem flegmatycznym niż impulsywnym, musi być zdolny do pracy skupionej, wymagającej ciągłej uwagi, jak również umieć logicznie rozumować przy obserwowaniu reakcyj chemicznych. Poza tym, jak już wspomniałem, musimy wymagać jeszcze specjalnych uzdolnień zawodowych, jak: wysubtelniony zmysł węchu i smaku, zdolność rozróżniania przejściowych barw, oraz pewnego rodzaju „intuicji analitycznej", którą zresztą można w sobie wyrobić przez długoletnią praktykę. W końcu wchodzą jeszcze w grę względy fizjologiczne, jak zdrowe płuca, nogi itp. Powyższe rozważania wchodzą już właściwie w zakres studjów psychotechnicznych stosowanych od kilkunastu lat w przemyśle mechanicznym, elektrotechnicznym, automobilowym, kolejnictwie itp.

Zasadą badań psychotechnicznych są testy do badania np.: uwagi, spostrzegawczości, inteligencji praktycznej, zaradności technicznej, dokładności pracy, pamięci, zdolności logicznego myślenia, wnioskowania, rozróżniania barw, pewności ręki itp.

Kwestja psychotechnicznych badań do zawodu chemika czy to z punktu widzenia selekcji pracowników przemysłu chemicznego, czy też jako wytyczna przy wyborze zawodu dla młodzieży szkół zawodowych i wyższych, jest pierwszorzędnego znaczenia dla kraju. Niestety problem ten nie jest jeszcze u nas należycie doceniany. Co do kwalifikacji personelu laboratoryjnego kierownictwo powinno mieć dużą swobodę w wyborze. W laboratoriach fabrycznych doskonale wypełniają swe zadania laboranci „przyuczani", mający zaledwie skończoną szkołę powszechną. Uważam jednak, że przemysł powinien w większej mierze niż dotychczas korzystać z abiturientów szkół zawodowych chemicznych. Jest to materiał doskonały, bez wygórowanych ambicyj, chętny i pracowity, posiadający dostateczne ogólne przygotowanie z analizy technicznej i technologii chemicznej. Mogą być oni również z powodzeniem szkoleni na majstrów fabrycznych.

Sprawa szkolenia personelu laboratoryjnego jest równie ważna—niestety naogół nierozumiana lub traktowana egoistycznie, to znaczy ze strony korzyści i wygody przedsiębiorstwa.

A więc jeżeli się nawet przyucza poszczególnych laborantów do wykonywania części lub wszystkich prac, wchodzących w zakres kontroli ruchu, to jedynie dlatego, aby w okresie urlopowym (zwykle w lecie) mieć kadrę zastępców. Nie podchodzi się jednak do tej sprawy ze strony doszkalania pracowników, czy to przez skompletowanie odpowiedniej biblioteki fachowej i abonowanie periodyków, czy też przez umożliwienie im korzystania z kursów dokształcających itp.

V. Kontrola.

Kontrola pracy w laboratorium ma na celu wykazać sprawność, a tym samym wydajność pracy.

Wiąże się to z określeniem kosztów własnych czyli rentowności pracowni, czasu wykonania analizy i jej dokładności. Oczywiście dążeniem kierownika laboratorium jest uzyskanie warunków optymalnych dla przedsiębiorstwa, to jest takich, żeby przy uwzględnieniu optimum czynnika najważniejszego, w jaknajmniejszym stopniu ograniczyć pozostałe.

Najlepszy obraz wydajności pracy dają wykresy statystyczne, sporządzone w odcinkach miesięcznych dla poszczególnych rodzai materjałów. Mogą one również służyć jako podstawowy materiał do obliczania „wskaźnika wydajności", przeciętnego kosztu jednej analizy i innych liczb charakterystycznych dla danego laboratorium. Wskaźnik wydajności można wyliczać w postaci ilości oznaczeń ilościowych, wypadających na jednego pracownika (dzień w okresie roku czy kwartału, albo w inny sposób) przyjmując jakąś normę dla danej pracowni i notując periodycznie wahania, jakim ta norma ulega, np. według wzoru:

$$W = \frac{J_1}{J} \cdot 100$$

gdzie W—oznacza wskaźnik wydajności,
J_1—wielkość zmienną, np. ilość oznaczeń wypadających na dzień lub miesiąc,
J—wielkość stałą dla tego samego czynnika, przyjętą w danym roku za normę.

Kierownik laboratorium nie powinien sobie lekceważyć tego rodzaju zestawień i obliczeń, które go znakomicie orientują, jak wydajna jest praca i czy wszystko jest w porządku w podległej mu pracowni.

Niemniej ważną sprawą jest kontrola wyników. Pomijając nawet błędy wynikające z braku opanowania metod analitycznych, możemy się spotykać z niedokładnościami, wynikającymi z błędów sugestywnych, pośpiechu, niedokładnej lub niesumiennej roboty itp. W niektórych zakładach zagranicznych, ażeby wykluczyć możliwość oddawania błędnych wyników, stosuje się metodę „dublowania" analiz. Polega to na tym, że kierownik dzieli próbkę na dwie części, opatruje je różnymi znakami i daje do analizy dwu pracownikom w pewnym odstępie czasu (np. paru godzin lub paru dni) jako materjały różne. Otrzymane zgodne wyniki z obu stron, dają istotnie pewność dobrego wykonania. Jest to jednak sposób kosztowny i nie każde przedsiębiorstwo mogłoby się na to zdobyć. Ważniej-

szą rzeczą jest, tak sądzę, wymagać od pracowników, ażeby oznaczenia wykonywali do zgodności analitycznej, to znaczy conajmniej podwójnie (w wielu krajowych zakładach wykonuje się analizy pojedyńczo, zdaje się ze względów oszczędnościowych). Wielkim ułatwieniem dla pracowników są często „wzorce", t. zn. materjały o gwarantowanej zawartości pewnych składników. W przemyśle metalurgicznym korzysta się np. z wzorców brytyjskich, przygotowywanych przez znaną powszechnie firmę *Ridsdale & Co* w Anglii.

Nie należy jednak nigdy odstępować od zasady przeprowadzania co jakiś czas kontroli pracy analitycznej, nawet w wypadku, kiedy się dysponuje rutynowanym i godnym zaufania personelem.

Jeszcze parę słów o dokładności oznaczeń. Jak już wyżej wspomniałem, często kontrola ruchu zadowala się mniejszą dokładnością, kładąc większy nacisk na szybkość wykonania. W pewnych jednak przypadkach np. w hutnictwie, wymagane są dokładności w setnych i tysiącznych częściach procentu. Chciałbym więc podkreślić, że dokładność oznaczenia nie jest pojęciem stałym, gdyż jest zależna od:

a) metody wykonania,

b) od procentowej zawartości składnika w badanym materjale—(naogół przy bardzo małej lub bardzo wysokiej zawartości składnika dokładność oznaczenia jest mniejsza),

c) od obecności składników pobocznych które mogą wpływać w znacznym stopniu na zmniejszenie dokładności wyników.

Z pojęciem „dokładności oznaczeń" wiąże się pojęcie „śladu". Zawartość składnika w ilości nie mieszczącej się w granicach „dokładności oznaczenia" nazywamy „śladem". Pojęcie „dopuszczalnego błędu" względnie „tolerancji" określa pewną umowną wielkość, która może być równa, lecz najczęściej jest większa, w żadnym wypadku jednak nie może być wielkością mniejszą od „dokładności oznaczenia".

Laboratoria badawcze.

Jak wspomniałem na wstępie, już od lat 50, a szczególnie silnie w czasach powojennych przemysł odczuwa coraz bardziej potrzebę korzystania z pomocy laboratoriów doświadczalnych, o nastawieniu badawczym. Większe jednostki przemysłowe organizują własne pracownie badawcze i doświadczalne. Mniejsze korzystają z pomocy istniejących niezależnych zakładów tego typu. O organizacji tego typu pracowni będę miał może sposobność mówić innym razem, dzisiaj ograniczę się tylko do scharakteryzowania mentalności chemika laboratorium kontroli ruchu a laboratorium badawczego i podkreślenia wzajemnych różnic.

Kontrola produkcji sprowadza się, jak wiadomo do sprawdzania zawartości pewnych składników w typowych fabrykatach, półproduktach czy surowcach danego przedsiębiorstwa. System pracy wymaga właściwie ciągłego powtarzania pewnych czynności w pewnej ustalonej kolejności przy czym chodzi głównie o dokładne zachowanie zawsze tych samych warunków pracy.

Zadanie chemika laboratorium doświadczalno-badawczego jest bez porównania rozleglejsze. Dostaje on do roboty materiał o nieznanym składzie—musi więc wykonać próby wstępne dla zorientowania się, czy ma np. do czynienia z gatunkiem stali nierdzewnej, węglistej, wysokomanganowej, czy jakiejkolwiek innej o niespotykanym składzie. Zależnie od rezultatu wstępnych prób ustala dopiero tok dalszego postępowania. Takie warunki pracy wymagają wysokich kwalifikacyj fachowych i dokładnej znajomości źródeł w literaturze. Zazwyczaj analityk nie ma czasu na ślęczenie w podręcznikach i musi szybko powziąć decyzję wyboru metody pracy. Możnaby to ująć w ten sposób:

od analityka fabrycznego wymaga się, ażeby posiadł na tyle pewność w zachowaniu tych samych zawsze warunków pracy, ażeby mógł wykonywać typowe analizy niemal że automatycznie, nawet bez konieczności większego skupienia uwagi. Najdrobniejsza czynność „obca", wykonana niepotrzebnie, będzie wówczas niemal podświadomie sygnalizowana i będzie w porę spostrzeżona,

od analityka laboratorium doświadczalno-badawczego wymaga się ciągłego nastawienia myślowego; po za całą swą konieczną dużą rutyną i wiedzą, musi on z jednakowym napięciem myślowym kontrolować swą pracę we wszystkich stadiach od początku do końca, gdyż nawet drobna niepotrzebna czynność może mu fatalnie skomplikować cały bieg pracy.

W zakończeniu w najogólniejszych zarysach skreślę schemat organizacji pracy badawczej największego na kontynencie koncernu chemicznego, *I. G. Farbenindustrie* w Niemczech, zatrudniającego kilka tysięcy pracowników z akademickim wykształceniem i sto kilkadziesiąt tysięcy robotników.

Laboratoria *I. G.* dzielą się na trzy grupy:

1) analityczne, dla kontroli bieżącej gotowych wyrobów i poszczególnych części fabrykacji,
2) ruchowe, mające na celu ulepszenie i potanienie wytwórczości,
3) badawcze, zwane również naukowymi.

Ostatnia grupa laboratoriów *I. G.* zatrudnia zwykle od 50 do 100 chemików, obok 250 do 500 niższych pracowników i ma na celu pracować wynalazczo.

Przedstawia właściwie rodzaj „fabryk wynalazczych" w których planowo współpracuje się nad tworzeniem nowych fabrykatów i metod.

Olbrzymie koszty, związane z utrzymaniem takich jednostek badawczych rozumiane są jako pewnego rodzaju składka polisy asekuracyjnej na życie, gdyż wyniki tych prac badawczych często dopiero po wielu latach mogą się opłacić, i tak:

1) synteza indyga dokonana została przez Ad. Baeyera w r. 1880—produkcja przemysłowa nastąpiła dopiero w r. 1900,

2) pierwsze prace nad syntezą amoniaku rozpoczął Haber w r. 1904, gdy uruchomienie produkcji w Leuna miało miejsce w r. 1916,

3) syntezę benzyny przeprowadził C. Bergius w r. 1913—produkcja w Leuna na dużą skalę nastąpiła dopiero w r. 1932.

Pewien odsetek chemików (5—10%) prowadzi badania czysto naukowo, w celu wyjaśnienia specjalnych zagadnień, stanowiących zdobycze praktyki, wyprzedzające

naukę. Tak było np. z kontaktami przy syntezie amoniaku z azotu i wodoru, licznymi katalizatorami itd.

Laboratorium badawcze dzieli się zwykle na szereg grup czy oddziałów. Kierownikowi całego laboratorium podlegają kierownicy oddziałów. Ilość pracowników w oddziale zależna jest od ważności problemu. Ogólne założenie pracy jest następujące: ażeby laboratoria badawcze należycie spełniać mogły swe zadania, muszą być dwa warunki spełnione:

1) musi panować „dobra atmosfera", polegająca na stworzeniu jaknajlepszych duchowych i materialnych warunków pracy dla poszczególnych chemików,

2) wewnątrz organizacja winna tak gladko i bez tarć funkcjonować, aby była przez poszczególnych chemików aknajmniej dostrzegana.

Jednym słowem: im lepsza atmosfera, tym większa radość pracy, tym lepsza wydajność pracy.

Bo jednak najważniejszym będzie zawsze, że nie urządzenia i organizacja, lecz człowiek stanowi wszędzie o postępie.

PRZYPISY.

1) Al. Behre, *Chemische Laboratorien.* Lipsk 1928.
2) Berl—Lunge, *Chemisch Techn. Untersuchungsmethoden*, wyd. IX, tom I (1933).
3) Emil Berl, *Chemische Ingenieur-Technik*, Berlin 1935, tom I.
4) E. Berl, R. Herbert, W. Wahling, *Nomographische Tafeln f. d. Chemische Industrie*, Berlin 1930.
5) Przegląd organizacji 1930 Nr. 5 *Metody statystyki pracy w laboratorium chemicznym.*
6) tamże **6**.292 inż. J. Pfanhauser: *O tayloryzacji laboratoriów chemicznych.*
7) tamże **6**.435 inż. J. Pfanhauser i Dr J. Pfanhauserowa: *O stosowaniu badań psychotechnicznych przy doborze pracowników przemysłu chemicznego.*
8) tamże **7**.426 inż. J. Pfanhauser: *Psychotechnika a przemysł chemiczny.*
9) tamże **7**.425 inż. W. Olpiński: *O tayloryzacji laboratoriów chemicznych.*
10) Przemysł chem. **15** 294 (1931) inż. W. Olpiński: *Zzagadnień organizacji pracy laboratoriów chemicznych.*
11) Stahl u. Eisen **55**. 349 (1935) *Organisation der Forschung in der chemischen Industrie.*

ZUSAMMENFASSUNG.

Organisation von Laboratorien.

Es werden folgende Themata besprochen: Einteilung und Bestimmung der Laboratorien. Festlegung der optimalen Arbeitsbedingungen. Die Hauptmomente, auf Grund deren die Arbeit von Fabrikslaboratorien dem Betriebe der Fabrik angepasst werden kann. I. Die Wahl entsprechender analytischer Verfahren. II. Ausstattung und Rationalisierung der Einrichtungen und Räume. Bauplan. Normung von Glasgeräten und Apparaten. Unfallverhütungsmassregeln erhöhen die Leistungen. Sicherheitsvorschriften. III. Taylorisierung der Arbiet des Analytikers. Bestimmung der notwendigen Arbeitszeiten. Einteilung der Tätigkeiten: Wege, Handarbeit, „selbstverlaufende" Operationen. Abreitsteilung. Serienarbeit. Beispiel einer Zeitfestellung bei der volumetrischen Kohlebestimmung in Stählen. IV. Wahl und Einübung des Personals. Charakterunterschiede bei Betriebschemikern und Analytikern. Psychotechnische Eignungsbestimmung für den Beruf als Chemiker. V. Die Kontrolle: Leistungsfähigkeit, Genauigkeit, Rentabilität der Laboratoriumsarbeit. Leistungsfähigkeitskoeffizienten und ihre Berechnung. Kontrolle der Resultate. Doppelung von Analysen und chemische Muster. Genauigkeit der Bestimmungen. Der zulässige Fehler. Die Toleranz. Der Begriff „Spuren".—Forschungslaboratorien. Unterschiede in der Geistesverfassung von Mitarbeiten beider Typen. Organisation der Laboratoriumarbeit in der I. G. Farbenindustrie A. G.

Wiadomości bieżące

Nouvelles du jour

Związek Chemików Polskich. Kurs sanitarno-ratowniczy P. C. K. dla chemików. Z inicjatywy Zarządu Oddziału Warsz. Zw. Chemików Polskich, zostaje zorganizowany w bieżącym miesiącu kurs sanitarno-ratowniczy Polskiego Czerwonego Krzyża, którego celem jest przysposobienie chemików do obrony przeciwgazowej oraz przygotowanie zatrudnionych w przemyśle do udzielania pomocy w nagłych wypadkach przy zatruciach w fabryce. Organizacja Kursu spoczywa w rękach chemika-medyka dr. M. Lewandowskiego i p. St. Sosińskiego.

Informacji w sprawie kursu udziela Biuro Związku Chemików Polskich, ul. *Krucza 38 m. 4* (*telefon 9-47-80*) w godz. od 9 do 15 i od 19 do 20 codziennie z wyjątkiem sobót i świąt.

Olejek z pestek moreli (aprykozy) jest coraz częściej używany jako cenna namiastka olejku migdałowego tak gorzkiego jak i słodkiego—oba bowiem gatunki można analogicznie otrzymać z odpowiednich pestek moreli. Surowiec pochodzi przeważnie z Chin. Europejscy fabrykanci sprzedają niestety surogaty jako prawdziwe olejki migdałowe.

Złoża chryzoberylu odkryto na Morawach w Merzykowie. Eksploatacja zostanie podjęta. Beryl ma służyć do wyrobu stali szlachetnych i bronzu Brünnera.

Drukarnia Techniczna, Sp. Akc., Warszawa, Czackiego 3/5, tel. 614-67 i 277-98.